Министерство образования Российской Федерации
Южно-Уральский государственный университет
Кафедра физического металловедения и физики твёрдого тела

669 (07)
Ж 911

Л.Г. Журавлёв, В.И. Филатов

# ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Учебное пособие для студентов
металлургических специальностей

Рекомендовано учебно-методическим объединением по образованию в области металлургии в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений, обучающихся по специальности 110500 – «Металловедение и термическая обработка металлов»

Челябинск
Издательство ЮУрГУ
2004

УДК [669:53] (075.8) + 669.017.3.001.2(075.8)

Журавлёв Л.Г., Филатов В.И. Физические методы исследования металлов и сплавов: Учебное пособие для студентов металлургических специальностей. – Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2004. – 157 с.

Учебное пособие по курсу «Физические свойства металлов и сплавов» предназначено для студентов специальности 110500 – «Металловедение и термическая обработка металлов». Оно может быть полезным студентам и других металлургических специальностей.

Ил.138, табл. 2, список лит. – 5 назв.

Одобрено учебно-методической комиссией физико-металлургического факультета.

Рецензенты: профессор, д.ф.-м.н. Б.Р. Гельчинский;
профессор, д.т.н. Ю.П. Галишников.

ISBN 5-696-02704-0

© Журавлёв Л.Г., Филатов В.И., 2004.
© Издательство ЮУрГУ, 2004.

# ВВЕДЕНИЕ

Наука о металлах – металловедение – не может обходиться только прямыми наблюдениями структуры с помощью оптических и электронных микроскопов. Важные данные о кинетике фазовых превращений во многих случаях могут быть получены проще и быстрее косвенным путем – в результате измерения той или иной физической характеристики. Последнее позволяет сделать процесс измерений непрерывным и изучать даже быстропротекающие превращения, например мартенситные.

При разработке сплавов, обладающих определенными физическими свойствами, без измерений их невозможно обойтись. И в этом случае задача решается с помощью физических методов исследований.

Важной областью применения физических методов является контроль качества термической обработки без разрушения деталей и порчи их поверхности. При этом сравнительно легко автоматизировать измерения и осуществить стопроцентный контроль продукции.

В настоящем учебном пособии рассмотрены методы измерений тепловых, электрических и магнитных характеристик металлов и сплавов, применяемые в металлофизических исследованиях и в производственной практике.

# 1. ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Термографией, или термическим анализом называют методы обнаружения и исследования фазовых и структурных превращений по их тепловым эффектам. Скорость нагрева или охлаждения вещества изменяется во время прохождения в нем того или иного превращения вследствие поглощения или выделения теплоты, что может быть зарегистрировано.

## 1.1. Простой термический анализ

Простой термический анализ заключается в записи температуры образца во время равномерного нагрева или охлаждения его.

При исследовании превращений в твердом состоянии обычно применяют образцы с отношением высоты к диаметру от 1 до 2. Масса образца находится в пределах от нескольких граммов до нескольких десятков граммов, иногда до 150…200 г. По оси образца просверливают канал до половины высоты, в который вводят спай термопары, соединенной с записывающим устройством. В результате этого записывается термограмма в координатах «температура образца – время». В пирометре Н.С. Курнакова (раздел 1.2.2) термопара подключается к рамке зеркального гальванометра.

Пучок света, формируемый осветителем, направляется на зеркальце гальванометра и, отразившись от него, попадает на фотобумагу, закрепленную на вращающемся барабане. Все устройство заключено в светонепроницаемый корпус. Холодные спаи термопары должны быть термостатированы.

Рассмотрим в качестве примера термограмму изотермического превращения при медленном нагреве, протекающего с поглощением теплоты (рис. 1.1).

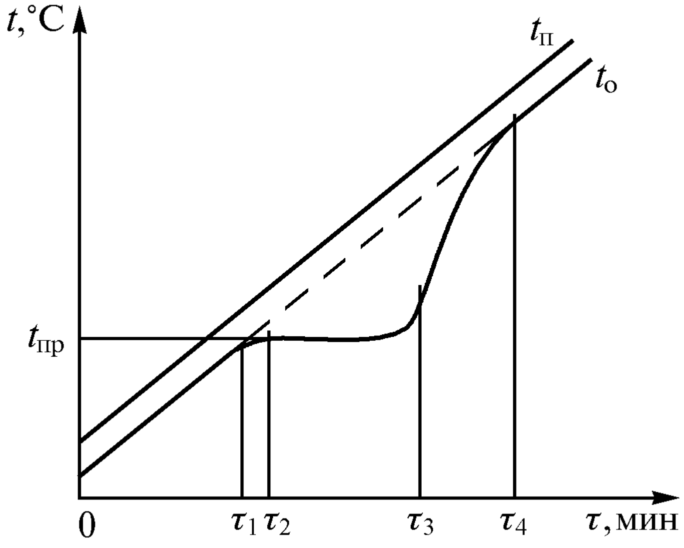



**Рис. 1.1. Термограмма изотермического превращения при нагреве: $t_п$, $t_о$, $t_{пр}$ – температуры печи, образца и превращения**

На кривой нагрева образца можно выделить следующие участки:

– $0 \ldots \tau_1$ – нагрев образца с постоянной скоростью. Вся теплота, передаваемая от печи к образцу, расходуется на его нагрев;

– в момент $\tau_1$ начинается превращение в поверхностном слое образца, часть подводимой теплоты затрачивается на превращение, скорость нагрева уменьшается до момента $\tau_2$, температура термопары, находящейся на оси образца, отстает от температуры его поверхности;

– начиная с момента $\tau_2$, превращение охватывает все большую часть объема, вся подводимая теплота расходуется на превращение, температура образца остается постоянной;

– разность температур между печью и образцом $t_п - t_о$ возрастает во время превращения вплоть до момента его завершения $\tau_3$, поэтому после завершения превращения наблюдается период ускоренного нагрева образца $\tau_3 \ldots \tau_4$. По мере уменьшения разности температур $t_п - t_о$ скорость нагрева уменьшается, поэтому моменту $\tau_3$ соответствует перегиб кривой $t_о(\tau)$;

– с момента $\tau_4$ устанавливается постоянство разности температур между печью и образцом и дальнейший нагрев происходит с постоянной скоростью.

Количество исходной фазы (или фаз) непрерывно уменьшается по мере развития превращения – уменьшается и количество поглощенной теплоты. Это приводит к началу повышения температуры образца до окончания превращения и к «скруглению» конца площадки.

Из вышесказанного следует, что отчетливая горизонтальная площадка на термограмме получается лишь в том случае, когда вся подводимая теплота расходуется на превращение, а его объемная скорость постоянна. Ускорение нагрева может вызвать увеличение скорости превращения, но лишь до некоторого предела, определяемого особенностями его кинетики. Поэтому при быстром нагреве вместо горизонтальной площадки на термограмме может наблюдаться наклонный участок. В случае моновариантного процесса, для которого число степеней свободы $n = 1$, наклонный участок наблюдается и при медленном нагреве (рис. 1.2).

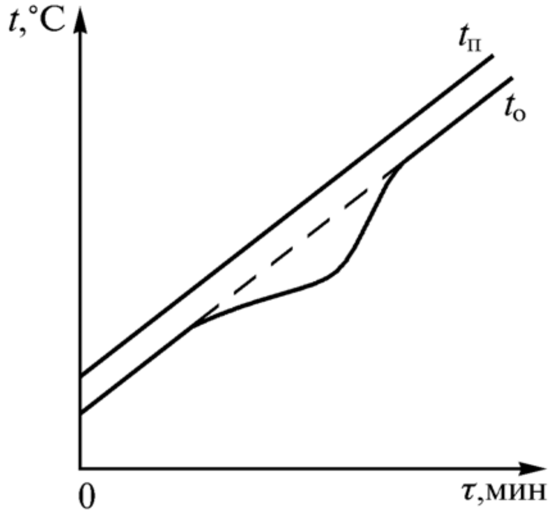



**Рис. 1.2. Термограмма моновариантного эндотермического процесса**

Вид термограмм экзотермического процесса определяется скоростью выделения теплоты (рис. 1.3). Аналогичные термограммы получаются и при охлаждении образцов (рис. 1.4).

Все схематические термограммы, приведенные в настоящем разделе, не учитывают изменения тепловых свойств образца в результате превращения. Влияние этого фактора на термограммы рассмотрено в разделе 1.2.4.

Простой термический анализ имеет невысокую чувствительность. При малом удельном тепловом эффекте на единицу массы или при небольшом количестве превращающейся фазы перегибы на термических кривых, соответствующих превращению, становятся едва заметными и такие превращения могут быть не обнаружены. Гораздо большей чувствительностью обладает дифференциальный термический анализ (ДТА).

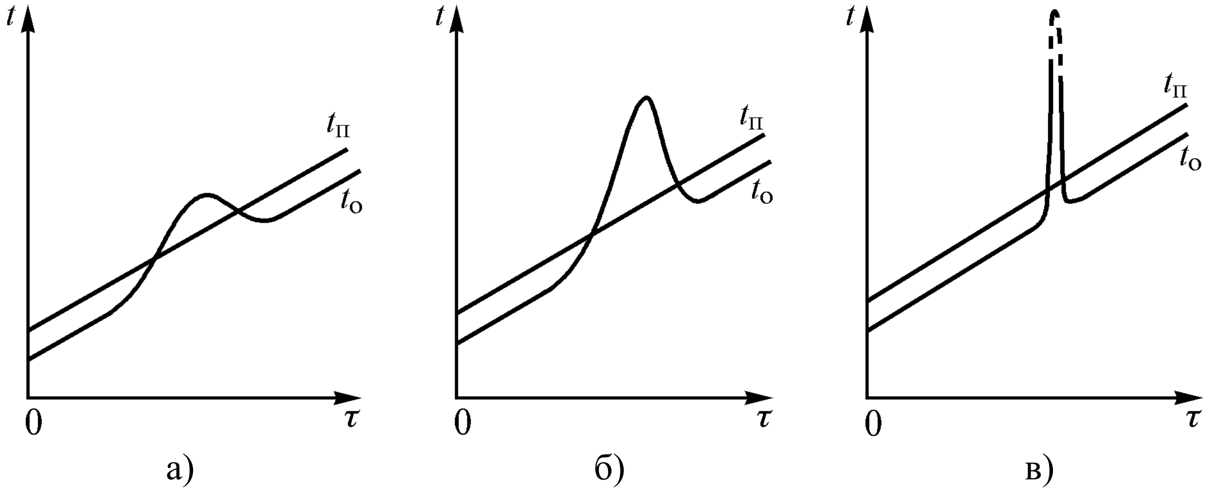



**Рис. 1.3. Термограммы экзотермических процессов при нагреве: а – медленный процесс («экзотермическая волна»); б – быстрое превращение; в – автокаталитический процесс, подобный взрыву**

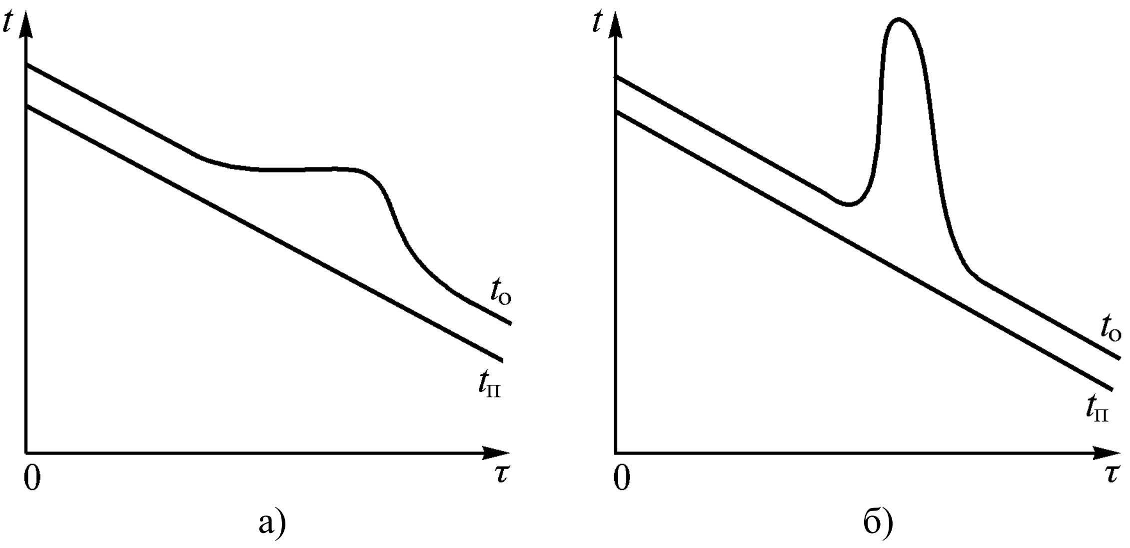



**Рис. 1.4. Термограммы экзотермических превращений при охлаждении: а – изотермическое превращение; б – быстропротекающий процесс**

## 1.2. Дифференциальный термический анализ

### 1.2.1. Дифференциальные термограммы

При проведении дифференциального термического анализа записывают температуру образца и разность температур между образцом и эталоном, не имеющим фазовых превращений. До начала превращения образец и эталон равномерно нагреваются и при правильно выбранном эталоне разность температур между ними $\Delta t = t_о - t_э$ близка к нулю (рис. 1.5).

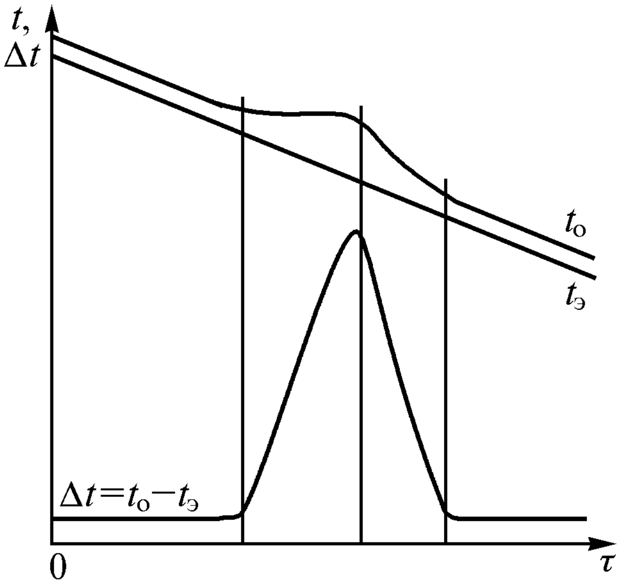



**Рис. 1.5. Дифференциальная термограмма изотермического превращения, протекающего при охлаждении с выделением теплоты**

Для повышения равномерности нагрева образец и эталон помещают в массивный металлический блок, обычно представляющий собой цилиндр с симметрично расположенными углублениями для образца и эталона. Блок закрывается крышкой с отверстиями для термопар. Материал блока не должен иметь фазовых превращений.

Во время превращения скорость нагрева или охлаждения образца изменяется (например, в случае изотермического процесса температура образца остается постоянной), а эталон продолжает нагреваться или охлаждаться, как

на рис. 1.5. Поэтому разность температур образца и эталона возрастает и достигает максимума к моменту конца превращения. В дальнейшем $\Delta t$ быстро уменьшается до значения, близкого к нулю. Таким образом, на дифференциальной кривой появляется экстремум, соответствующий концу превращения.

Знак разности температур $t_о - t_э$ может изменяться в ходе превращения, но высота экстремума дифференциальной кривой остается неизменной. Происходит лишь смещение дифференциальной кривой относительно нуля термоЭДС. Схематически это показано на рис. 1.6, на котором характерные участки термограммы условно показаны в виде сопрягающихся отрезков прямых.

До сих пор считалось, что тепловые свойства образца не изменяются в результате превращения. В действительности происходит то или иное изменение свойств, что отражается на термограмме. Если, например, обобщенный коэффициент теплопередачи возрастает вследствие превращения, то термограмма принимает вид, показанный на рис. 1.7. Здесь же приведен пример обработки термограммы. Точка 1 – температура центра образца в момент начала превращения на поверхности. Точка 2, соответствующая началу горизонтальной площадки, – температура начала превращения в центре образца. Момент конца превращения и соответствующая ему температура центра образца определяются точкой 3, лежащей на перпендикуляре к оси времени, опущенном из экстремальной точки кривой $\Delta t(\tau)$.

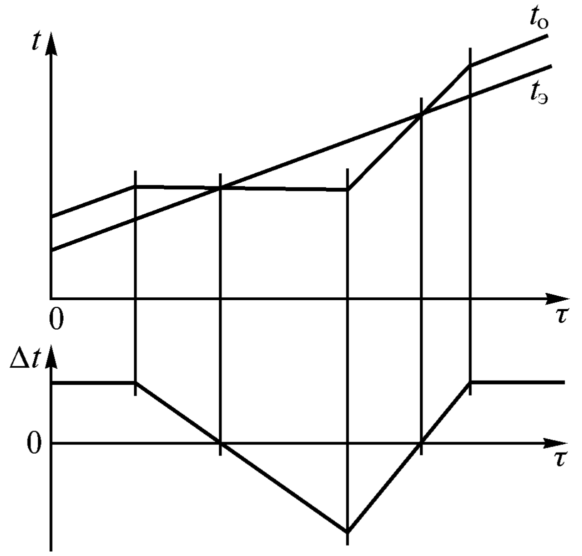



**Рис. 1.6. Схема изменения знака термоЭДС в ходе превращения**

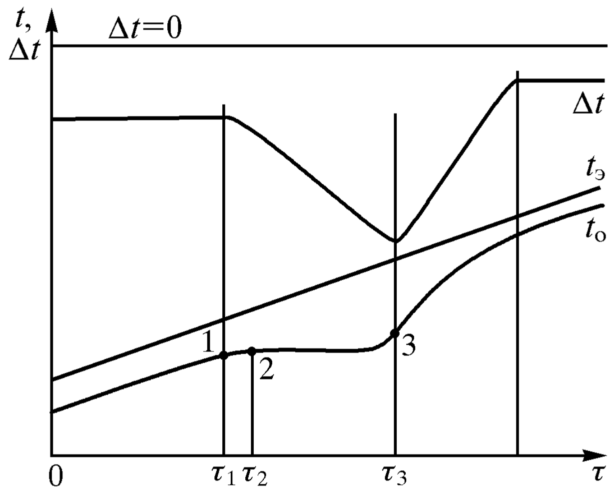



**Рис. 1.7. Дифференцальная термограмма изотермического превращения при нагреве, сопровождающегося повышением обобщенного коэффициента теплопередачи**

### 1.2.2. Аппаратура для дифференциального термического анализа

Установка для дифференциального термического анализа с автоматической записью температуры образца и разности температур образца и эталона была создана Н.С. Курнаковым еще в 1903 году и в последствии получила название пирометра Курнакова. Простая и дифференциальная термопары присоединены к зеркальным гальванометрам (рис. 1.8).

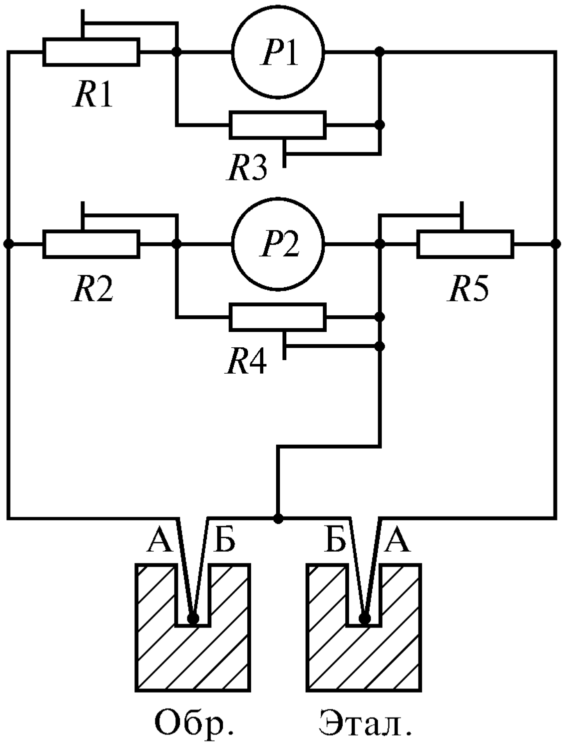



**Рис. 1.8. Принципиальная электрическая схема пирометра Н.С. Курнакова: А, Б – разновидности термопарных проволок**

При нагреве спаев термопар, находящихся в образце и эталоне, возникает термоЭДС, в цепи появляется ток, вызывающий поворот рамок гальванометров и соединенных с ними зеркалец. Лучи света, направляемые на зеркальца от специальных осветителей, отражаются от них и отклоняются при повороте зеркалец. Отраженные лучи проходят через цилиндрическую линзу, собираются в точки и попадают на фотобумагу, закрепленную на вращающемся барабане. В результате на фотобумаге записываются кривые зависимостей температуры образца и разности температур образца и эталона от времени. Многоступенчатый редуктор позволяет изменять скорость вращения барабана в широких пределах – один оборот совершается за время от нескольких минут до 24 часов.

Принципиальная схема пирометра Н.С. Курнакова оказалась настолько удачной, что сохранилась до настоящего времени. Изменялась лишь конструкция отдельных узлов и установки в целом.

*Термопары и регулировочные резисторы*

Для измерения разности температур между образцом и эталоном используют дифференциальную термопару, состоящую из двух простых термопар, включенных последовательно путем соединения одноименных проволок. Один из горячих спаев дифференциальной термопары помещают в центр образца, а другой в центр эталона (рис. 1.8). Термоэлектродвижущая сила такой термопары пропорциональна разности температур рабочих (горячих) спаев. Дифференциальную термопару соединяют с гальванометром

так, чтобы вершина пика, соответствующего экзотермическому процессу, была направлена вверх, а при эндотермическом превращении – вниз.

Подключение гальванометра, записывающего температуру образца, должно быть согласовано с направлением вращения барабана с фотобумагой: при нагреве кривая температуры образца должна подниматься на термограмме слева направо, в сторону увеличения времени.

Холодные спаи термопары термостатируют (на рис. 1.8 это не показано). Температура холодных спаев, если она одинакова, не влияет на термоэлектродвижущую силу дифференциальной термопары. Сплавы для термопар выбирают, руководствуясь обычными соображениями: термопары должны обладать возможно большей термоЭДС, жаростойкостью (способностью противостоять окислению при высоких температурах) и стабильностью во времени.

Показания гальванометра *P*1 пропорциональны разности температур образца и эталона. Ветвь дифференциальной термопары, находящуюся в образце, можно использовать для измерения его температуры, подключив к ней гальванометр *P*2 (рис. 1.8). Это позволяет отказаться от применения отдельной термопары для измерения температуры образца.

Резисторы *R*1 и *R*2 служат для регулирования чувствительности гальванометров, *R*3 и *R*4 – для установки режима критического успокоения их (см. ниже раздел «Гальванометры»).

Следует применять резисторы со ступенчатым изменением сопротивления. Это позволяет точно воспроизводить чувствительность и режим работы гальванометра, устанавливавшиеся ранее.

Гальванометр *P*2 и резисторы *R*2, *R*4 шунтируют одну из ветвей дифференциальной термопары, что может привести к значительному отклонению разности температур $t_о - t_э$ от нуля до начала превращения, возрастающему с повышением температуры. Поэтому, если

$$R = R2 + \frac{RP2 \cdot R4}{RP2 + R4}$$

мало (здесь *RP*2 – внутреннее сопротивление гальванометра *P*2), то параллельно второй ветви дифференциальной термопары необходимо включить резистор *R*5=*R*. Это позволит восстановить равноплечность дифференциальной термопары и сохранить малую разность температур $t_о - t_э$ до начала превращения в образце.

*Гальванометры*

Для проведения дифференциального термического анализа используют высокочувствительные зеркальные гальванометры (рис. 1.9). На тонких упругих ленточках из бериллиевой бронзы 1 и 7 подвешена подвижная система, состоящая из зеркальца 2 и катушки (рамки) 3, содержащей

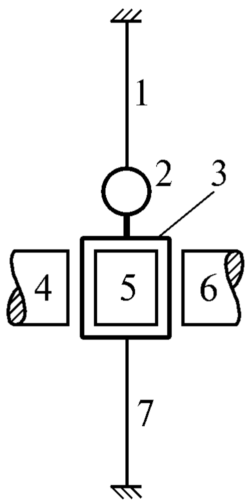



**Рис. 1.9. Схема устройства зеркального гальванометра**

большое число витков тонкой изолированной медной проволоки. Измеряемый ток подводится к рамке через нити подвеса 1, 7. Рамка расположена в кольцевом зазоре между полюсными наконечниками 4, 6 постоянного магнита и железным сердечником 5. Ток, протекающий через рамку, взаимодействуя с магнитным полем, создает крутящий момент

$$M_{\text{кр}} = iBSn = iD, \tag{1.1}$$

где $i$ – сила тока; $B$ – индукция магнитного поля в зазоре магнита; $S$ – площадь поперечного сечения рамки; $n$ – число витков. Величина $D = BSn$ называется динамической постоянной гальванометра. Поворот рамки под действием крутящего момента вызывает закручивание нитей подвеса и появление противодействующего момента

$$M_{\text{пр}} = \frac{Gh^3b^3}{(h^2+b^2)l} \cdot \varphi. \tag{1.2}$$

Здесь $G$ – модуль сдвига материала нитей подвеса; $h$, $b$, $l$ – толщина, ширина и длина нити подвеса; $\varphi$ – угол поворота рамки.

Поворот рамки прекращается, когда $M_{\text{кр}} = M_{\text{пр}}$. Из этого условия находим

$$\varphi = \frac{iBSn \cdot (h^2+b^2)l}{Gh^3b^3}. \tag{1.3}$$

Следовательно, чувствительность гальванометра в наибольшей мере повышается при уменьшении размеров поперечного сечения нити подвеса.

Внутреннее сопротивление гальванометров должно быть возможно больше. Это позволит изменять длину термопар, не нарушая градуировки.

Важное значение имеет скорость затухания рамки гальванометра после прохождения через нее короткого импульса тока. Пренебрегая сопротивлением воздуха, можно считать, что затухание колебаний рамки определяется главным образом моментом электродинамического, или индукционного торможения

$$M_{\text{инд}} = -Di_m,$$

где $i_m$ – ток, обусловливающий торможение рамки.

Так как $i_m = \frac{BSn}{\sum R} \cdot \frac{d\varphi}{d\tau}$, то $M_{\text{инд}} = -\frac{(BSn)^2}{\sum R} \cdot \frac{d\varphi}{d\tau}$. (1.4)

Здесь $\sum R$ – суммарное сопротивление цепи рамки гальванометра, то есть сопротивление рамки, внешнего резистора, термопары и соединительных проводов (последним можно пренебречь); $d\varphi/d\tau$ – скорость поворота рамки.

Скорость затухания колебаний рамки зависит также от собственной частоты ее свободных колебаний при разомкнутой цепи, определяющейся моментом инерции подвижной системы и упругими свойствами нити подвеса. Момент электродинамического торможения можно регулировать, изменяя сопротивление цепи рамки (рис. 1.10).

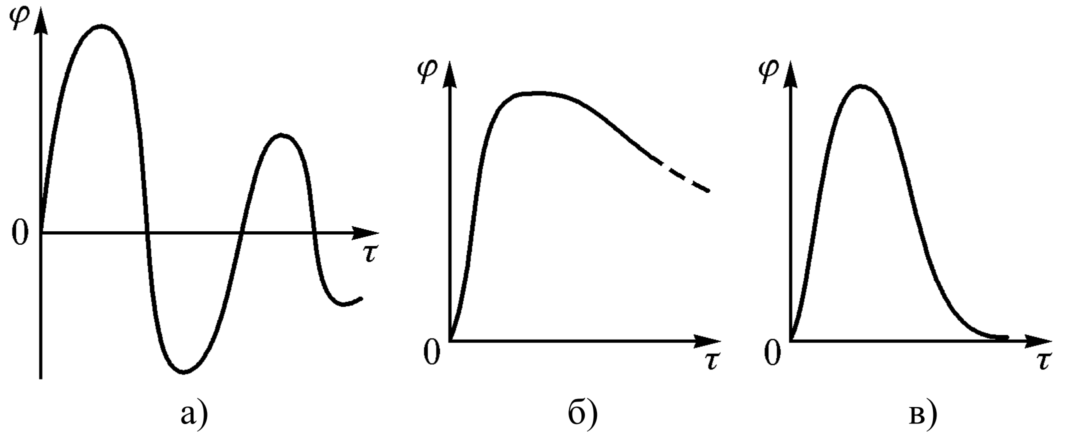



**Рис. 1.10. Схемы затухания колебаний рамки гальванометра после прохождения через нее короткого импульса тока: а – периодический режим затухания (сопротивление внешней цепи велико или цепь разомкнута); б, в – апериодический режимы: б – переуспокоение (сопротивление внешней цепи мало), в – режим критического успокоения (сопротивление внешней цепи равно критическому)**

При критическом внешнем сопротивлении движение рамки переходит от колебательного к апериодическому. Для термического анализа следует выбирать гальванометры с полупериодом свободных колебаний рамки не более нескольких секунд и критическим сопротивлением от 200 до 800 Ом, что обеспечивает быстрое торможение рамки (рис. 1.10,в). Гальванометры как с большим (см. рис. 1.10,а), так и с малым (см. рис. 1.10,б) значениями критического сопротивления не пригодны для термического анализа, так как могут вносить значительные искажения в термограммы быстропротекающих процессов.

*Печи и регулирующая аппаратура*

Эти компоненты установки для термического анализа должны обеспечивать плавное изменение температуры, регулирование скорости нагрева и охлаждения в широких пределах, многократное воспроизведение одного и того же режима работы. В большинстве случаев скорость нагрева или охлаждения должна быть постоянной.

### 1.2.3. Факторы, влияющие на характер термограмм

В этом разделе рассмотрены основные факторы, не связанные с неисправностями аппаратуры и ошибками экспериментатора.

*Масса образца.* С увеличением массы образца возрастает длина площадки на кривой $t_0(\tau)$, но происходит округление ее краев. При излишне большой массе образца эффекты на дифференциальной кривой, близкие по температуре, налагаются друг на друга. Масса металлических образцов должна быть не более 150...200 г.

*Теплопроводность образца.* Повышение теплопроводности образца приводит к уменьшению пиков на дифференциальной кривой.

*Эталон* не должен иметь фазовых превращений, его теплоемкость и теплопроводность должны быть возможно ближе к таковым образца. В противоположном случае термоЭДС дифференциальной термопары и в отсутствие превращения отклоняется от нулевой линии. Размеры образца и эталона следует выбирать так, чтобы $C_э m_э = C_о m_о$ ($C$ – удельная теплоемкость, $m$ – масса). При медленном нагреве можно отказаться от применения эталона и устанавливать второй спай дифференциальной термопары непосредственно в блок.

*Скорость изменения температуры.* Чем меньше скорость превращения, тем ниже должна быть и скорость нагрева или охлаждения. Обычно скорость нагрева находится в пределах от одного до 100 К/мин. При быстром нагреве следует уменьшать массу образца и эталона. С ускорением нагрева возрастает высота пика на дифференциальной кривой, то есть повышается чувствительность метода. Площадь, ограниченная пиком, почти не изменяется при изменении скорости нагрева в широких пределах. Увеличение скорости нагрева смещает превращения в область более высоких температур. При умеренно быстром нагреве изменение температуры превращения обычно невелико. Температура превращений при охлаждении гораздо сильнее зависит от скорости охлаждения, а при некоторых критических скоростях охлаждения возможно изменение типа превращения.

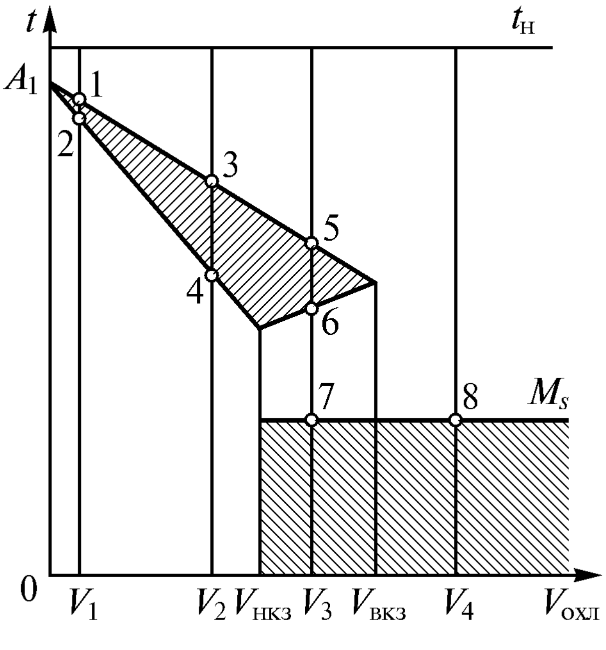



**Рис. 1.11. Схема превращений переохлажденного аустенита эвтектоидной стали при охлаждении с различными скоростями**

В качестве примера рассмотрим превращения переохлажденного аустенита в эвтектоидной стали (рис. 1.11). При очень медленном охлаждении образца (со скоростью $V_1$), нагретого до температуры $\gamma$-области, аустенит превращается в перлит при практически постоянной тем-

пературе (точки начала и конца превращения – 1 и 2 соответственно – практически совпадают ), близкой к равновесному значению точки $A_1$. При ускоренном охлаждении со скоростью $V_2$ превращение протекает между точками 3 и 4, то есть происходит в интервале температур, лежащем значительно ниже $A_1$. В случае еще более быстрого охлаждения со скоростью $V_3$, лежащей между нижней и верхней критической скоростями закалки, перлитное превращение, начавшись в точке 5, до конца не доходит и прекращается в точке 6.

Оставшаяся часть аустенита превращается в мартенсит, начиная с точки 7 (мартенситная точка). Следовательно, на дифференциальной кривой будет два пика. Наконец, при очень быстром охлаждении со скоростью $V_4$ перлитное превращение совсем не развивается, а, начиная с точки $M_s$, образуется мартенсит – происходит закалка стали.

### 1.2.4. Определение теплоты фазового превращения методом дифференциального термического анализа

При сравнительно невысоких температурах, когда можно пренебречь лучистым теплообменом, методом ДТА можно не только определить температуру превращения в образце, но и измерить его тепловой эффект. При указанном условии количество теплоты, полученной образцом, определяется законом Ньютона:

$$dQ = \alpha(t_\text{п} - t_\text{о})d\tau, \qquad (1.5)$$

здесь $\alpha$ – коэффициент теплопередачи; $t_\text{п}$ – температура печи или блока; $t_\text{о}$ –температура образца; $\tau$ – время.

Из этого следует, что при отсутствии превращения количеству теплоты, полученному образцом при нагреве от $t_1$ до $t_2$, пропорциональна площадь $S_1$ на термограмме, ограниченная прямыми нагрева печи и образца и отрезками ординат, соответствующих $t_1$ и $t_2$, заключенными между этими прямыми (рис. 1.12,а). Площадь $S_2$ (рис. 1.12,б) пропорциональна полной теплоте превращения (на всю массу образца). Если тепловые свойства образца не изменились в результате превращения, то теплоте, затраченной на нагрев образца от $t_1$ до $t_2$ после превращения, пропорциональна площадь $S_3$ (рис. 1.12,в). Из рис. 1.12,а и 1.12,в следует, что $S_1 = S_3$. Так как $S_1$ и $S_3$ имеют общую часть, то, сравнивая $S_2$, $S_3$ и $S_4$ (рис. 1.12,г), получаем, что $S_2 = S_4$. Таким образом, площадь $S_4$ на рис. 1.12,г пропорциональна тепловому эффекту превращения. В свою очередь, этой последней площади пропорциональна гораздо бóльшая площадь под пиком дифференциальной кривой.

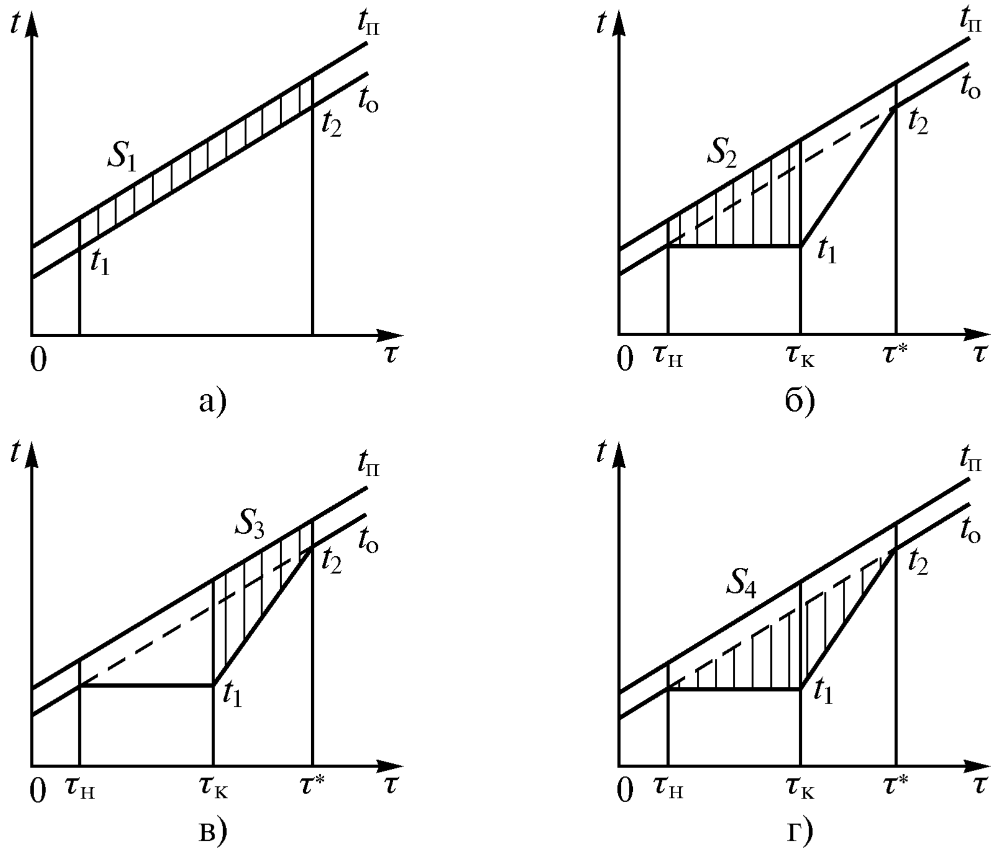



**Рис. 1.12. К определению теплового эффекта превращения методом дифференциального термического анализа: $\tau_н$, $\tau_к$ – моменты начала и конца превращения, $\tau^*$ – момент окончания периода ускоренного нагрева после завершения превращения**

В действительности тепловые свойства образца так или иначе изменяются в результате превращения, что вызывает изменение хода кривых на термограмме (см. рис. 1.7).

На рис. 1.13, соответствующем рис. 1.7, приведен пример ограничения площадей на термограмме, пропорциональных тепловому эффекту. Сначала экстраполируют линию термограммы после окончания периода ускоренного изменения температуры в сторону меньших значений времени до пересечения с ординатой, соответствующей моменту конца превращения (отрезки аб и а′б′). Полученную точку б (или б′) соединяют с точкой в (или в′) изменения хода термограммы в момент начала превращения (отрезки бв и б′в′).

Описанный способ ограничения площадей, пропорциональных тепловому эффекту, основан на том, что тепловые свойства образца изменяются только во время протекания превращения, то есть на участке $\tau_н \ldots \tau_к$ термограммы. Для определения теплового эффекта превращения кроме термограммы исследуемого образца необходимо получить термограмму образца с известным тепловым эффектом. Если $Q_x$ и $Q_э$ – полные теплóты превращений в исследуемом и эталонном образцах, а $S_x$ и $S_э$ – соответствующие им площади под пиками дифференциальных кривых, то

$$\frac{Q_x}{Q_э} = \frac{S_x}{S_э} \text{ и } Q_x = Q_э \cdot \frac{S_x}{S_э}, \quad (1.6)$$

здесь $Q = mH$, где $m$ – масса образца, $H$ – удельная теплота превращения.

Площади, пропорциональные тепловому эффекту, выделены на рис. 1.13 жирными линиями.

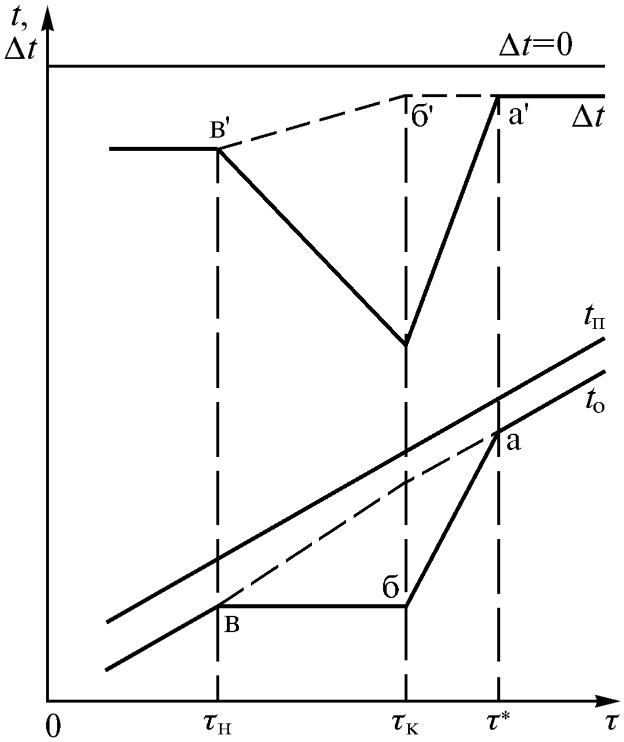



**Рис. 1.13 Выделение на схематической термограмме площадей, пропорциональных тепловому эффекту превращения**

## 1.3. Применение термического анализа

Основным применением как простого, так и дифференциального термического анализа является обнаружение фазовых превращений и определение их температур или температурных интервалов. В частности, термический анализ широко применяется при построении диаграмм состояний сплавов. В этом случае обычно проводят комплексное исследование, то есть дополняют термический анализ другими методами, и, прежде всего, структурными. Пример построения диаграммы состояний методом термического анализа приведен на рис. 1.14.

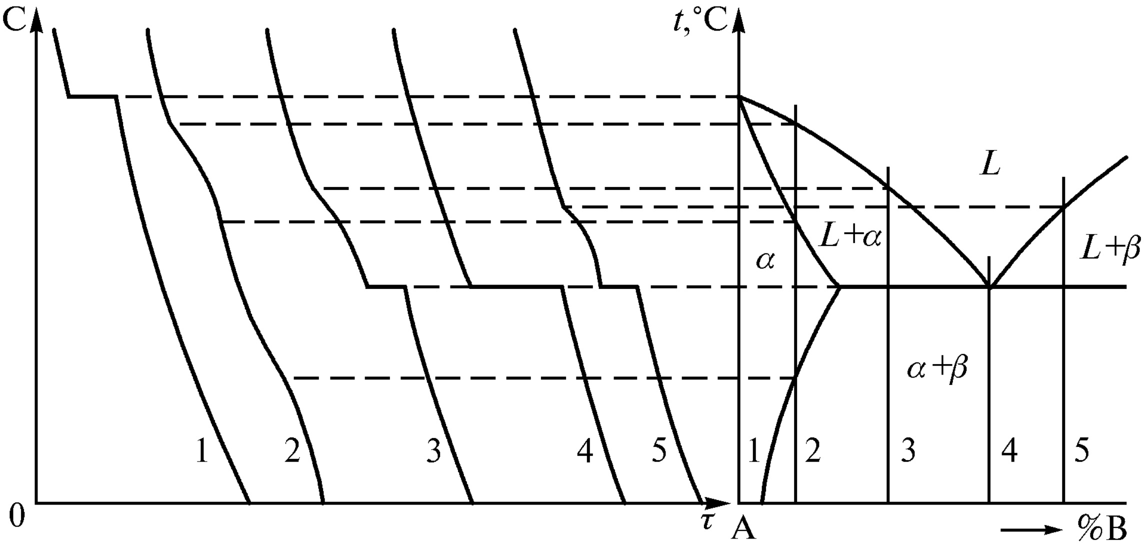



**Рис. 1.14. Семейство термограмм сплавов системы с ограниченной растворимостью в твердом состоянии и эвтектическим превращением (а) и построенный по ним фрагмент диаграммы состояний (б), 1 – кривая охлаждения чистого жидкого компонента А**

# 2. КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Калориметрия – это методы измерения тепловых эффектов или теплоемкости. Приборы, предназначенные для этой цели, называют калориметрами. Наиболее чувствительные методы калориметрического анализа позволяют измерять даже самые малые тепловые эффекты.

## 2.1. Прямая калориметрия

Прямая калориметрия заключается в охлаждении образца, нагретого до некоторой температуры $t$, превышающей температуру превращения в образце $t_{пр}$. Нагретый образец, заключенный в тонкостенную оболочку, вносят в калориметр, представляющий собой специальный сосуд, содержащий жидкость (обычно воду). При охлаждении образца в калориметре происходит передача тепла от образца к калориметру и температура последнего повышается. Величина теплового эффекта превращения $q$ может быть найдена из уравнения теплового баланса

$$m\left[\overline{C_1}\left(t-t_{пр}\right)+q+\overline{C_2}\left(t_{пр}-t_{к}\right)\right]+m_{о}\overline{C_{о}}\left(t-t_{к}\right)=\overline{C_{к}}\left(t_{к}-t_{н}\right)+Q, \quad (2.1)$$

где $m$ – масса образца, $\overline{C_1}$, $\overline{C_2}$ – средняя теплоемкость образца при температурах выше и ниже точки превращения, $t_{к}$ и $t_{н}$ – конечная и начальная температура калориметра, $\overline{C_{к}}$ – полная средняя теплоемкость калориметра, $Q$ – тепловые потери калориметра в окружающую среду (находятся по специальным таблицам).

Погрешность измерения $q$ возрастает с повышением $t_{пр}$, так как при этом доля теплоты превращения уменьшается по сравнению с общим количеством теплоты, выделяемой образцом при охлаждении. Возможности рассмотренного метода ограничены, поскольку режим охлаждения в калориметре вполне определенен и может быть изменен только путем замены жидкости.

Для предотвращения испарения калориметрической жидкости применяют «ледяные» калориметры, содержащие воду со льдом. Количество расплавившегося льда определяют по уменьшению объема смеси.

Прямая калориметрия не применяется для изучения превращений в твердых металлах и сплавах, характеризующихся малыми тепловыми эффектами. Для этой цели разработаны другие методы, описанные ниже, обладающие большей чувствительностью и точностью.

## 2.2. Методы обратной калориметрии

При обратной калориметрии холодный образец помещают в специальную установку и медленно нагревают, измеряя количество теплоты, затрачиваемой на нагревание. Методы обратной калориметрии используют при изучении необратимых процессов.

Превращения, протекающие при нагреве в интервале температур, сопровождаются возрастанием теплосодержания $Q$ и быстрым ростом производной $dQ/dt$, а, следовательно, и теплоемкости $C_p = (dQ/dt)\cdot 1/m$ (рис. 2.1,а). Так как рост $dQ/dt$ происходит до конечных значений, то тепловой эффект может быть найден интегрированием кривой $dQ/dt$ в интервале температур превращения от $t_1$ до $t_2$.

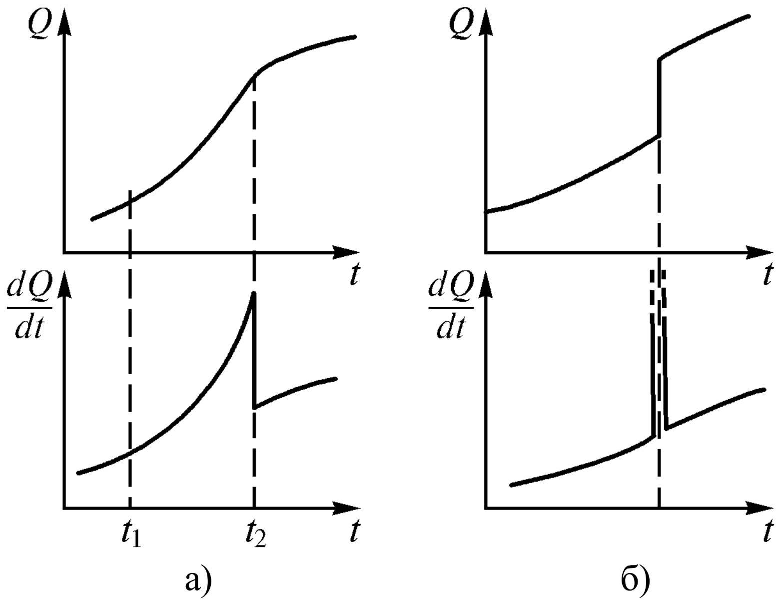



**Рис. 2.1. Изменение теплосодержания $Q$ и производной $dQ/dt$ при превращениях второго (а) и первого (б) рода**

Изотермический процесс сопровождается скачкообразным возрастанием теплосодержания при температуре превращения, чему соответствует разрыв производной $dQ/dt$ и, следовательно, разрыв температурной зависимости теплоемкости (рис. 2.1,б). В таком случае определение теплового эффекта производят другими методами.

### 2.2.1. Метод Смита

Метод, основанный на использовании постоянства теплового потока через стенку при неизменной разности температур в ней, позволяет определять среднюю в интервале температур теплоемкость сплава и тепловые эффекты превращений. Метод Смита является, по существу, разновидностью термического анализа.

Керамический стаканчик с образцом (рис. 2.2) нагревается в печи так, что разность температур между наружной и внутренней стенками стаканчика поддерживается постоянной. Это достигается с помощью автоматической регулирующей аппаратуры. При постоянстве разности температур $\Delta t_c$ в стенке стаканчика тепловой поток через нее будет также постоянен,

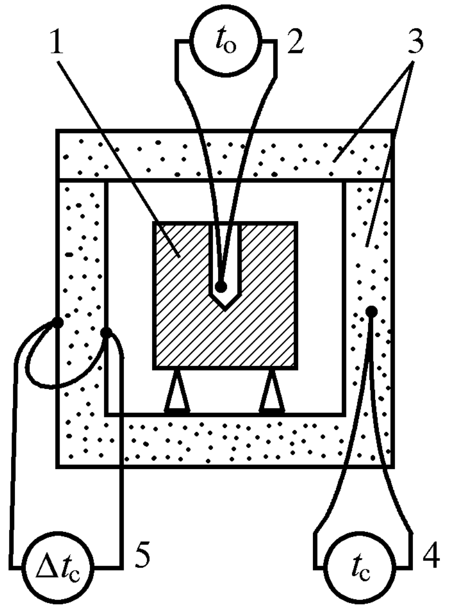



**Рис. 2.2. Схема, иллюстрирующая метод Смита: 1 – образец; 2 – прибор, измеряющий температуру образца; 3 – керамический стаканчик с крышкой; 4, 5 – приборы, измеряющие среднюю температуру стаканчика и разность температур в его стенке, соответственно**

если допустить, что теплопроводность стаканчика не зависит от температуры. Тогда

$$\frac{dQ}{d\tau} = \gamma S \Delta t_с . \tag{2.2}$$

В этом уравнении $Q$ – количество теплоты, $\tau$ – время, $\gamma$ – теплопроводность стаканчика, $S$ – средняя площадь поверхности, пронизываемой тепловым потоком. В действительности теплопроводность стаканчика зависит от температуры, поэтому для калибровки калориметра применяют вещество с известной температурной зависимостью теплоемкости.

Для определения средней теплоемкости образца проводят три опыта.

1. Нагревают образец в стаканчике. Тепловой поток от печи вызывает повышение теплосодержания образца и стаканчика.

$$\frac{dQ}{d\tau}\Delta\tau_о = \overline{C_о} m_о \Delta t_о + \overline{C_с} m_с \Delta t_с , \tag{2.3}$$

здесь: $\overline{C_о}$, $m_о$ – средняя теплоемкость и масса образца; $\Delta t_о$ – повышение температуры образца за время его нагрева $\Delta\tau_о$; $\overline{C_с}$, $m_с$, $\Delta t_с$ – средняя теплоемкость, масса и изменение температуры стаканчика, соответственно.

2. При нагреве пустого стаканчика в течение времени $\Delta\tau_с$

$$\frac{dQ}{d\tau}\Delta\tau_с = \overline{C_с} m_с \Delta t_с . \tag{2.4}$$

3. При нагреве стаканчика с эталоном, имеющим среднюю теплоемкость $\overline{C_э}$ и массу $m_э$, за время $\Delta\tau_э$, температура эталона возрастет на $\Delta t_э$:

$$\frac{dQ}{d\tau}\Delta\tau_э = \overline{C_э} m_э \Delta t_э + \overline{C_с} m_с \Delta t_с . \tag{2.5}$$

Опыты проводят так, чтобы температура стаканчика повышалась каждый раз на одну и ту же величину, то есть $\Delta t_с$ постоянна. При этом условии из уравнений (2.3) и (2.4) находим

$$\overline{C_о} m_о \Delta t_о = \frac{dQ}{d\tau}\left(\Delta\tau_о - \Delta\tau_с\right). \tag{2.6}$$

Аналогично из уравнений (2.4) и (2.5) получаем

$$\overline{C_э} m_э \Delta t_э = \frac{dQ}{d\tau}\left(\Delta\tau_э - \Delta\tau_с\right). \tag{2.7}$$

Разделив уравнение (2.6) на уравнение (2.7), имеем

$$\frac{\overline{C_о} m_о \Delta t_о}{\overline{C_э} m_э \Delta t_э} = \frac{\Delta\tau_о - \Delta\tau_с}{\Delta\tau_э - \Delta\tau_с}, \qquad (2.8)$$

откуда окончательно находим

$$\overline{C_о} = \overline{C_э} \cdot \frac{m_э}{m_о} \cdot \frac{\Delta\tau_о - \Delta\tau_с}{\Delta\tau_э - \Delta\tau_с} \cdot \frac{\Delta t_э}{\Delta t_о}. \qquad (2.9)$$

Значения $\Delta\tau_о$, $\Delta\tau_э$, $\Delta\tau_с$ можно найти из термограмм нагрева образца в стаканчике, эталона в стаканчике и пустого стаканчика (рис. 2.3).

Заменив $\Delta\tau_с$, $\Delta\tau_о$ и $\Delta\tau_э$ длинами соответствующих отрезков, получим

$$\overline{C_о} = \overline{C_э} \cdot \frac{m_э}{m_о} \cdot \frac{l_о - l_с}{l_э - l_с} \cdot \frac{\Delta t_э}{\Delta t_о}. \qquad (2.10)$$

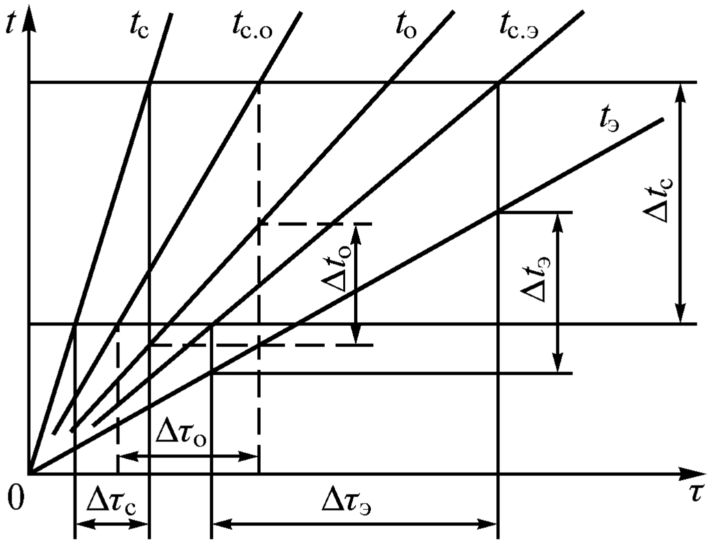



**Рис. 2.3. Графическое определение значений $\Delta\tau_с$, $\Delta\tau_о$ и $\Delta\tau_э$ по кривым нагрева пустого стаканчика ($t_с$), образца в стаканчике ($t_о$) и эталона в стаканчике ($t_э$); $t_{с.о}$ – температура стаканчика с образцом; $t_{с.э}$ – температура стаканчика с эталоном**

Методом Смита можно определить тепловой эффект фазового превращения или иного процесса. В случае изотермического превращения при нагреве образца в стаканчике в пределах длительности превращения $\Delta\tau_о$ образец получит количество теплоты $m_о\Delta H$, где $\Delta H$ – удельный тепловой эффект эндотермического превращения. Суммарное повышение теплосодержания образца и стаканчика составит

$$\frac{dQ}{d\tau}\Delta\tau_о = m_о \Delta H + \overline{C_с} m_с \Delta t_с. \qquad (2.11)$$

Количество теплоты, полученной пустым стаканчиком и эталоном в стаканчике, описывается уравнениями (2.4) и (2.5) соответственно. Используя те же приемы, что и при определении средней теплоемкости образца, из уравнений (2.4), (2.5) и (2.11) находим

$$\Delta H = \overline{C_э} \cdot \frac{m_э}{m_о} \cdot \frac{\Delta\tau_о - \Delta\tau_с}{\Delta\tau_э - \Delta\tau_с} \cdot \Delta t_э. \qquad (2.12)$$

Значения $\Delta\tau_с$, $\Delta\tau_о$, $\Delta\tau_э$ и $\Delta t_э$ можно найти графически (рис. 2.4).

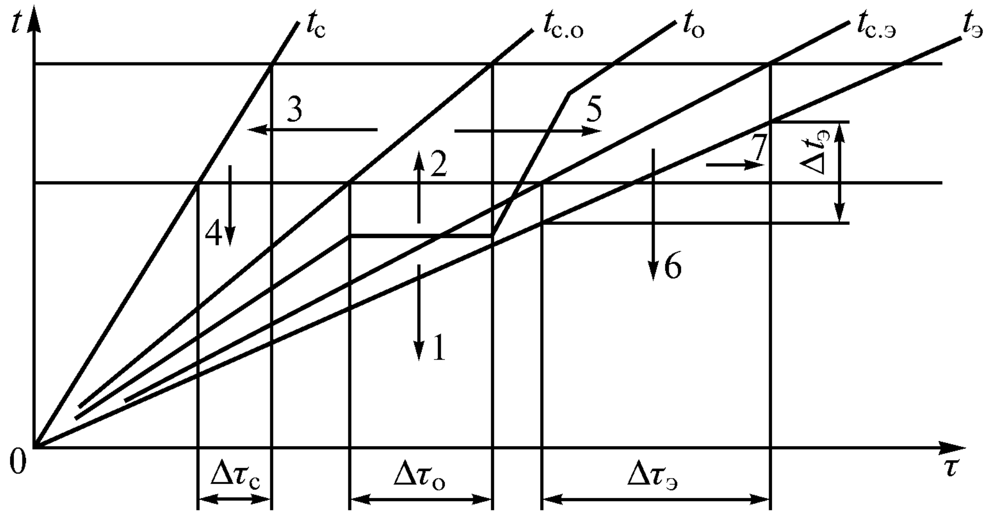



**Рис. 2.4. Схема обработки кривых нагрева для определения величин, необходимых для расчета теплового эффекта превращения по уравнению (2.12): $t_{с.}$ – температура пустого стаканчика, $t_{с.о}$ –температура стаканчика с образцом, $t_о$ – температура образца, $t_{с.э}$ – температура стаканчика с эталоном, $t_э$ – температура эталона. Цифры у стрелок – последовательность операций**

Для повышения точности измерений $\overline{C_о}$ или $\Delta H$ следует применять эталон, теплоемкость которого близка к теплоемкости образца. Точность измерений возрастает, если вместо одной дифференциальной термопары (см. рис. 2.2) применить термобатарею, спаи которой равномерно распределены по окружности стаканчика (рис. 2.5). Спаи 1, 3, 5 устанавливают с одной стороны, а спаи 2, 4, 6 – с другой стороны стенки стаканчика. А и Б – условные обозначения материалов термопарных проволок.

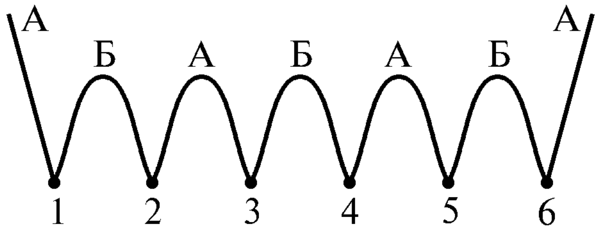



**Рис. 2.5. Термобатарея из трех дифференциальных термопар, включенных последовательно**

### 2.2.2. Метод Сайкса

Метод Сайкса отличается тем, что нагрев образца осуществляется как внешним, так и внутренним источниками теплоты. Это позволяет проводить измерения в условиях, близких к адиабатическим, и, следовательно, свести к минимуму влияние блока, играющего роль калориметрической среды. При отсутствии теплообмена образца с окружающей средой (блоком), вся мощность внутреннего нагревателя расходуется на нагрев образца и его теплоемкость

$$C_p = \frac{uid\tau}{m_o dt_o}, \tag{2.13}$$

здесь $u$, $i$ – напряжение на нагревателе и сила тока в нем, $\tau$ – время, $t_o$ – температура образца.

Пустотелый образец с находящимся в нем электрическим нагревателем размещен в массивном металлическом блоке (рис. 2.6). Блок с образцом установлен в печи и медленно нагревается от нее с постоянной скоростью. Если внутренний нагреватель не включен, то температура образца ниже температуры блока $t_б$.

Периодически включая и выключая внутренний нагреватель, добиваются колебания температуры образца относительно температуры блока (рис. 2.7).

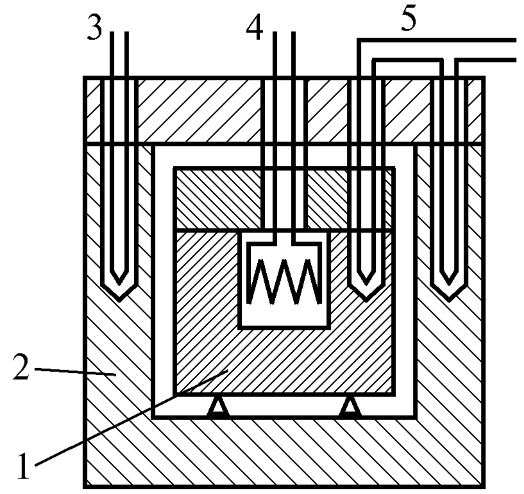



**Рис. 2.6. Упрощенная схема установки для определения теплоемкости методом Сайкса: 1 – образец; 2 – массивный блок; 3 – термопара блока; 4 – выводы внутреннего нагревателя образца; 5 – дифференциальная термопара для измерения разности температур между образцом и блоком**

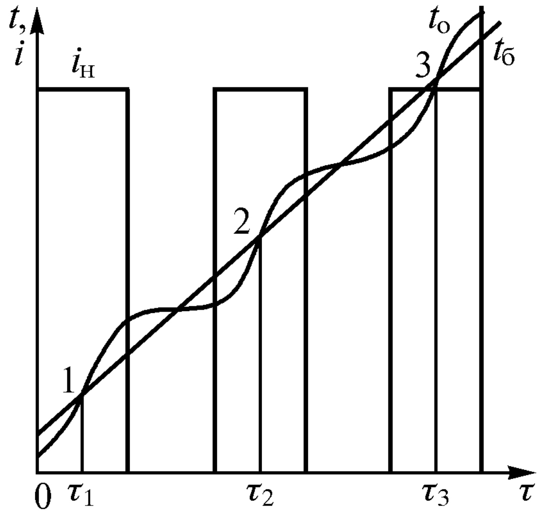



**Рис. 2.7. Термограммы нагрева блока ($t_б$) и образца ($t_о$) при определении теплоемкости методом Сайкса: $i_н$ – ток внутреннего нагревателя образца**

В моменты времени $\tau_1$, $\tau_2$, $\tau_3$ при включенном внутреннем нагревателе $t_o = t_б$, следовательно, теплообмен между образцом и блоком не происходит и вся теплота, выделяемая внутренним нагревателем, затрачивается на повышение температуры образца.

В эти моменты времени справедливо уравнение 2.13, которое может быть представлено в виде

$$C_p = \frac{ui}{m_о \dfrac{dt_о}{d\tau}}. \tag{2.14}$$

Следовательно, для определения теплоемкости достаточно измерять мощность, выделяемую внутренним нагревателем, и скорость нагрева образца в моменты равенства температур образца и блока (точки 1, 2 и 3 на рис. 2.7). Точное определение последней затруднено, так как температура образца колеблется вокруг температуры блока. Скорость нагрева блока постоянна и может быть определена с гораздо меньшей погрешностью, чем скорость нагрева образца. Моменты времени $\tau_1$, $\tau_2$ и $\tau_3$ (см. рис. 2.7), для которых вычисляется теплоемкость, точнее определяются при измерении разности температур между образцом и блоком с помощью дифференциальной термопары и высокочувствительного гальванометра, чем при измерении температур образца и блока.

Чтобы использовать эти возможности повышения точности определения теплоемкости, расчетная формула (2.14) должна быть преобразована. Скорость изменения температуры образца можно представить следующим образом:

$$\frac{dt_о}{d\tau} = \frac{dt_б}{d\tau} + \frac{d\left(t_о - t_б\right)}{d\tau}, \tag{2.15}$$

здесь $d\left(t_о - t_б\right)/d\tau$ – скорость изменения разности температур между образцом и блоком, которую можно записать как

$$\frac{dt_о}{dV_о} \cdot \frac{dV_о}{d\tau} - \frac{dt_б}{dV_б} \cdot \frac{dV_б}{d\tau}, \tag{2.16}$$

где $V_о$ и $V_б$ – показания приборов, измеряющих температуру образца и блока. Как будет ясно из дальнейшего, фактически нет необходимости измерять температуру образца, если регистрируется разность температур между образцом и блоком. В последнем выражении $dV_б/d\tau$ – скорость изменения ЭДС термопары, размещенной в стенке блока, а производная $dt_б/dV_б$ характеризует наклон градуировочной кривой термопары с прибором, примененных для измерения температуры блока. При $t_о = t_б$ можно считать, что $dt_о/dV_о = dt_б/dV_б$. Тогда выражение (2.16) принимает вид

$$\frac{d(V_о - V_б)}{d\tau} \cdot \frac{dt_б}{dV_б}. \tag{2.17}$$

Окончательно получаем

$$C_p = \frac{ui}{m_о \left[ \dfrac{dt_б}{d\tau} + \dfrac{d\left(V_о - V_б\right)}{d\tau} \cdot \dfrac{dt_б}{dV_б} \right]}, \tag{2.18}$$

здесь $d(V_о - V_б)/d\tau$ – скорость изменения ЭДС дифференциальной термопары. Значение $dt_б/dV_б$ определяется графически по градуировочной кривой термопары блока.

Основная погрешность метода обусловлена тем, что адиабатические условия создаются лишь периодически, через определенные промежутки времени (см. рис. 2.7). Поэтому температура образца в разных его точках не одинакова в момент записи показаний приборов (при $t_о - t_б = 0$), что вызвано колебанием $t_о - t_б$ вокруг нулевого значения.

Метод Сайкса позволяет надежно определять величину и распределение по температуре не слишком малых тепловых эффектов (рис. 2.8).

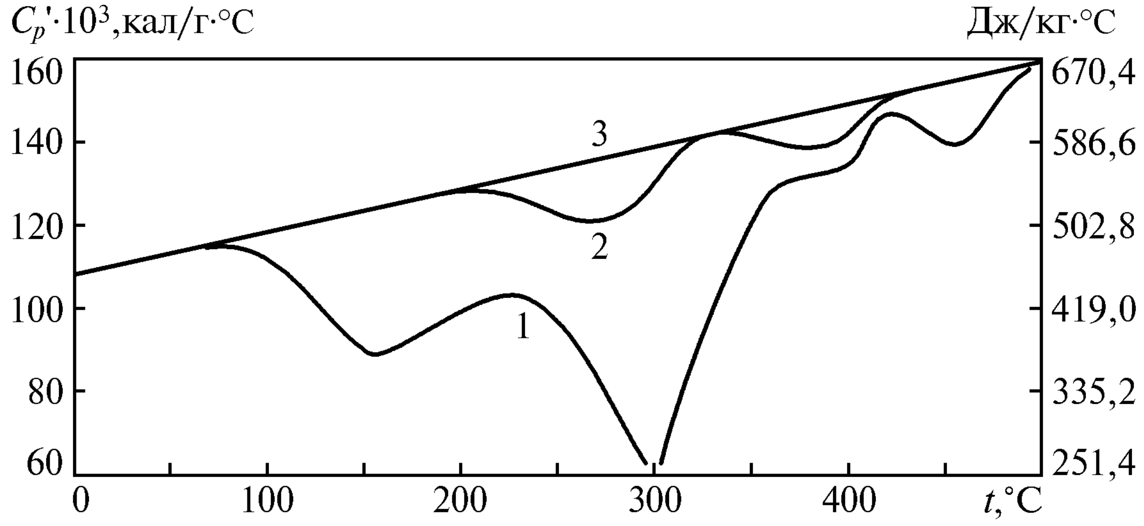



**Рис. 2.8. Температурная зависимость кажущейся теплоемкости закаленных сталей, содержащих 1,23 % (1) и 0,22 % (2) углерода; 3 – отожженное состояние**

### 2.2.3. Дифференциальная адиабатическая калориметрия

Для измерения малых тепловых эффектов, порядка нескольких джоулей на грамм и менее, применяют дифференциальные калориметры с непрерывным нагревом в адиабатических условиях, обладающие наибольшей чувствительностью. Одновременно нагревают два образца – исследуемый и эталонный. При исследовании необратимых процессов эталон изготавливают из того же материала, что и образец, но в отожженном состоянии.

Общее представление об устройстве дифференциального адиабатического калориметра дает рис. 2.9. Образец 11 и эталон 13 с размещенными внутри них нагревателями, расположены в массивном металлическом блоке, или калориметрической коробке 7, нагреваемой печью 6. Температура печи, измеряемая с помощью термопары 9 и электронного автоматического потенциометра 3, повышается с постоянной скоростью (электронные блоки 1 и 2).

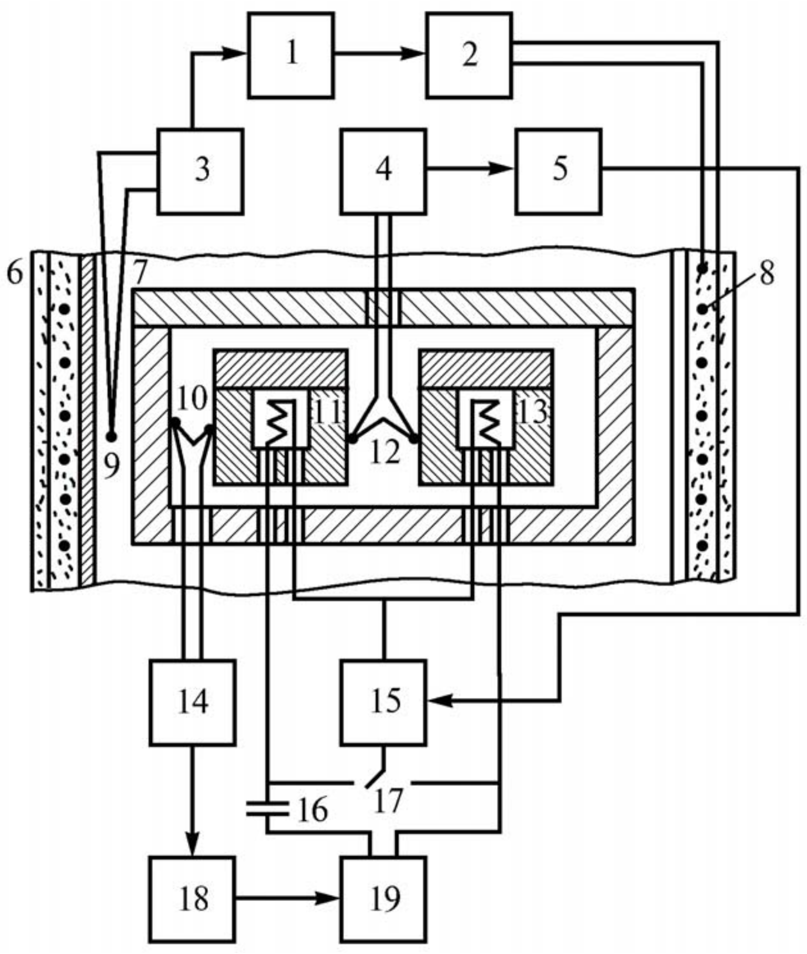



**Рис. 2.9. Упрощенная функциональная схема дифференциального адиабатического калориметра: 8 – электронагреватель печи; 17– переключатель**

Образец и эталон нагреваются внутренними нагревателями, соединенными последовательно и питающимися переменным током от источника 19, а эталон может дополнительно подогреваться от источника постоянного тока 15. Конденсатор 16, включенный в цепь питания нагревателей переменным током, позволяет независимо регулировать основной нагрев обоих образцов и дополнительный подогрев эталона или образца постоянным током.

Автоматическое регулирование нагрева обоих образцов – исследуемого и эталонного – осуществляется с помощью батареи дифференциальных термопар 10, электронных блоков 14, 18 и управляемого источника переменного тока 19 так, чтобы разность температур между блоком и образцом $\Delta t_1 = t_о - t_б$ была равна нулю. Так как эталон изготовлен из того же материала, что и образец, то до начала выделения тепла в последнем вследствие развития того или иного процесса $t_о = t_э$. Следовательно, теплообмен между обоими образцами и блоком, а также между исследуемым образцом и эталоном отсутствует, то есть нагрев обоих образцов происходит в адиабатических условиях.

Измерение тепловых эффектов возможно двумя способами, рассмотренными ниже.

*Способ дифференциальной адиабатической калориметрии* заключается в дополнительном подогреве эталона во время превращения в образце с таким расчетом, чтобы $\Delta t_2 = t_о - t_э = 0$. Это достигается с помощью дифференциальной термобатареи 12, электронных блоков 4, 5 и управляемого

источника постоянного тока 15 (см. рис. 2.9). Считается, что в условиях адиабатического нагрева выделению тепла в образце в каждый момент времени равна мощность дополнительного подогрева эталона, а суммарный тепловой эффект изучаемого процесса равен количеству теплоты, выделенной внутренним нагревателем эталона вследствие подогрева его постоянным током. Для повышения точности измерений этой величины в цепь подогрева эталона постоянным током включают электролизную ячейку (на рис. 2.9 не показана). Количество выделившейся в эталоне теплоты от дополнительного подогрева пропорционально увеличению массы катода электролизной ячейки. Таким образом, в ходе опыта необходимо записывать в зависимости от времени температуру блока, равную температуре образца, и мощность дополнительного подогрева эталона.

Описанный способ позволяет достаточно точно определить полный тепловой эффект одиночного экзотермического процесса. Если же в образце протекает несколько процессов, температурные интервалы которых соприкасаются или частично перекрываются, то происходит искажение распределения тепловых эффектов по температуре. Это обусловлено различиями разогрева исследуемого образца и эталона в периоды выделения тепла в образце. Последнее происходит одновременно во всем объеме образца, поэтому одновременно и равномерно нагревается весь образец. Эталон дополнительно подогревается от внутреннего электрического нагревателя, поэтому его подогрев происходит постепенно, с перепадом температуры по сечению. Так как автоматика поддерживает $\Delta t_2 = t_о - t_э = 0$ на поверхности образцов, то температура внутренних слоев эталона окажется более высокой, чем образца. Разность температур внутренней и наружной поверхностей эталона обычно составляет несколько градусов.

*Сочетание термического анализа и калориметрии* позволяет количественно изучить распределение тепловых эффектов необратимых процессов по температуре. Исследование проводят в два этапа. Сначала, при первом нагреве образцов, цепь дополнительного подогрева эталона не включается, записывается изменение разности температур между эталоном и образцом во времени $\Delta t = f_1(\tau)$. По существу, первый нагрев является количественным дифференциальным термическим анализом и дает правильное распределение тепловых эффектов по температуре.

При втором нагреве тех же образцов с максимальной достижимой точностью воспроизводят кривую $\Delta t = f_1(\tau)$, полученную при первом нагреве, путем дополнительного подогрева образца от источника постоянного тока. В этом случае регистрируется зависимость мощности подогрева от времени $W_о = f_2(\tau)$. Полный тепловой эффект принимается равным энергии постоянного электрического тока, затраченной на дополнительный по-

догрев образца. Таким образом, кривая $\Delta t = f_1(\tau)$ характеризует распределение тепловых эффектов во времени, а кривая $W_о = f_2(\tau)$ – их величину. На основании этих зависимостей, а также записи $t_о = f_3(\tau)$ после их обработки получают результат в форме зависимости $W = f(t_о)$.

Для получения неискаженной картины распределения по температуре и величины тепловых эффектов при однократном нагреве разработан метод трех образцов. Исследуемый образец и два одинаковых эталона нагреваются в адиабатических условиях внутренними нагревателями. Поддерживая нулевую разность температур между образцом и одним из эталонов, измеряют мощность дополнительного подогрева последнего. Одновременно измеряют разность температур между образцом и вторым эталоном, нагреваемым с постоянной мощностью.

### 2.2.4. Импульсная калориметрия

В разделах 2.2.2 и 2.2.3 показано, что устранение потерь тепла при калориметрических измерениях достигается путем значительного усложнения конструкции калориметров и методики измерений. Возможен более простой способ уменьшения тепловых потерь. Если скорость нагрева резко увеличить, то длительность опыта можно сделать очень малой, что приведет к снижению тепловых потерь до пренебрежимой величины. На этом и основана импульсная калориметрия.

Рассмотрим определение скрытой энергии, накопленной при пластической деформации металла, дифференциальным импульсным методом. Через два одинаковых последовательно соединенных образца, один из которых отожжен, а другой деформирован, пропускают короткий (порядка $10^{-2}$ с) импульс тока большой силы. Образцы представляют собой отрезки проволоки длиной 15…50 мм и диаметром 0,1…0,3 мм. Деформированный образец нагревается джоулевой теплотой и выделяющейся скрытой энергией пластической деформации $E$. Отожженный образец, служащий эталоном, нагревается только джоулевой теплотой. Количество теплоты, выделяющейся в образце,

$$Q_о = m_о \int_{T_0}^{T_1} C_о dT = \int_0^{\tau} W_о d\tau + E m_о, \qquad (2.19)$$

а в эталоне

$$Q_э = m_э \int_{T_0}^{T_2} C_э dT = \int_0^{\tau} W_э d\tau. \qquad (2.20)$$

Здесь $m_о$, $m_э$ – масса образца и эталона соответственно; $T_0$ – начальная температура образцов; $T_1$, $T_2$ – конечная температура образца и эталона; $W_о$, $W_э$ – мощность, выделяющаяся в образце и эталоне при пропускании импульса тока.

Вычитая из уравнения (2.19) уравнение (2.20), получаем

$$Q_о - Q_э = m_о \int_{T_0}^{T_1} C_о dT - m_э \int_{T_0}^{T_2} C_э dT = \int_0^{\tau} W_о d\tau + Em_о - \int_0^{\tau} W_э d\tau, \qquad (2.21)$$

откуда находим

$$Em_о = m_о \int_{T_0}^{T_1} C_о dT - m_э \int_{T_0}^{T_2} C_э dT - \int_0^{\tau} (W_о - W_э) d\tau. \qquad (2.22)$$

Если $m_о = m_э = m$, $C_о(\tau) = C_э(\tau) = C(\tau)$, то уравнение (2.22) принимает вид

$$E = \int_{T_э}^{T_0} C dT - \frac{1}{m} \int_0^{\tau} (W_о - W_э) d\tau. \qquad (2.23)$$

Последнее уравнение справедливо при условии, что при пропускании второго импульса тока выделение скрытой энергии в образце не происходит, то есть вся поглощенная энергия деформации выделилась при первом нагреве.

Во время опыта записывают с помощью магнитоэлектрического шлейфового осциллографа ток через образцы и падение напряжения на них. Зная температурный коэффициент сопротивления материала образцов, можно для любого момента времени рассчитать их температуры и количества сообщенной им теплоты, затем рассчитать теплоемкость в зависимости от времени и температуры. Это позволяет вычислить скрытую энергию деформации по уравнению (2.23).

## 2.3. Применение калиромeтрии

Калориметрические измерения позволяют полнее изучить сущность многих процессов, протекающих в металлических сплавах при их термической обработке. В качестве примера рассмотрим применение калориметрии для изучения распада мартенсита в углеродистых сталях и в безуглеродистых сплавах на железоникелевой основе.

Температурная зависимость кажущейся теплоемкости закаленных углеродистых сталей существенно зависит от содержания углерода в исходном мартенсите (рис. 2.10).

Снижению кажущейся теплоемкости $C_p'$ соответствует выделение теплоты в образце вследствие протекания процессов отпуска. В высокоугле-

родистой стали наблюдаются значительные тепловые эффекты – при 150 °C первая стадия отпуска и в интервале от 200 до 350 °C наложение эффектов второй стадии отпуска и распада остаточного аустенита. В низкоуглеродистой стали эффекты, связанные с первой стадией отпуска и распадом остаточного аустенита, отсутствуют. Предварительный отпуск при 250 °C резко уменьшает тепловыделение при последующем нагреве в калориметре высокоуглеродистой стали и мало сказывается на стали с 0,22 % C. При нагреве отпущенных сталей выделение теплоты в интервале от 250 до 385 °C мало зависит от содержания углерода в стали и близко к тепловому эффекту в неотпущенной низкоуглеродистой стали. Это свидетельствует о сохранении в α-растворе после отпуска при 250 °C около 0,2 % углерода.

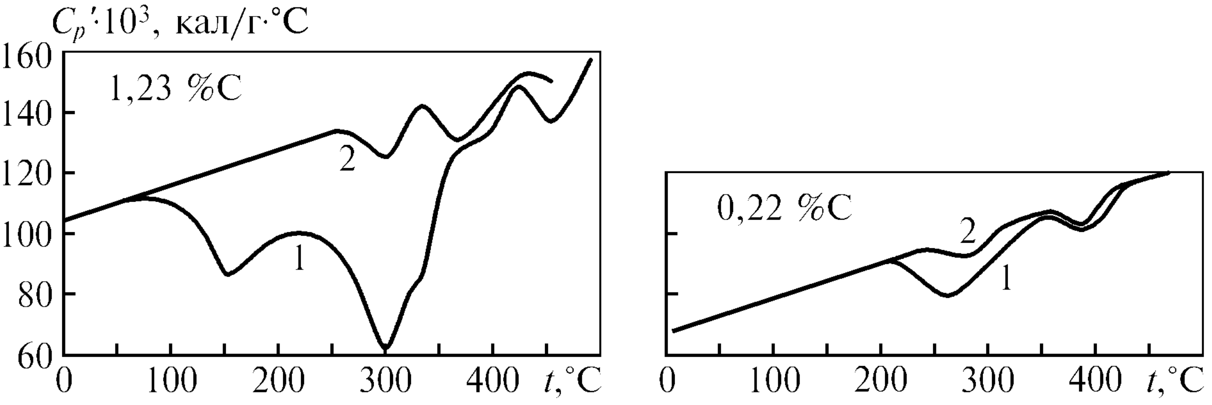



**Рис. 2.10. Температурная зависимость кажущейся теплоемкости нелегированных сталей с различным содержанием углерода: 1 – после закалки; 2 – после закалки с последующим отпуском при 250 °C**

В практически безуглеродистых сплавах Fe–Ni–Ti, Fe–Ni–Al мартенсит обладает невысокой твердостью. При нагреве таких закаленных сталей в область 300…600 °C твердость повышается, достигая максимума около 500 °C. Старение этих сталей обусловлено распадом мартенсита с образованием интерметаллидов. Калориметрические измерения показали (рис. 2.11), что старение сплава на основе Fe + 7,75 % Ni с алюминием происходит в две стадии, чему соответствуют два минимума на кривой $C_p'(t)$. Кривая $C_p'(t)$ сплава с титаном имеет три минимума, следовательно, старение этого сплава протекает в три стадии. При одновременном легировании железоникелевого сплава титаном и алюминием старение протекает в две стадии.

Отсутствие тепловых эффектов при повторных нагревах образцов означает, что процессы распада мартенсита полностью или почти полностью завершились при первом нагреве.

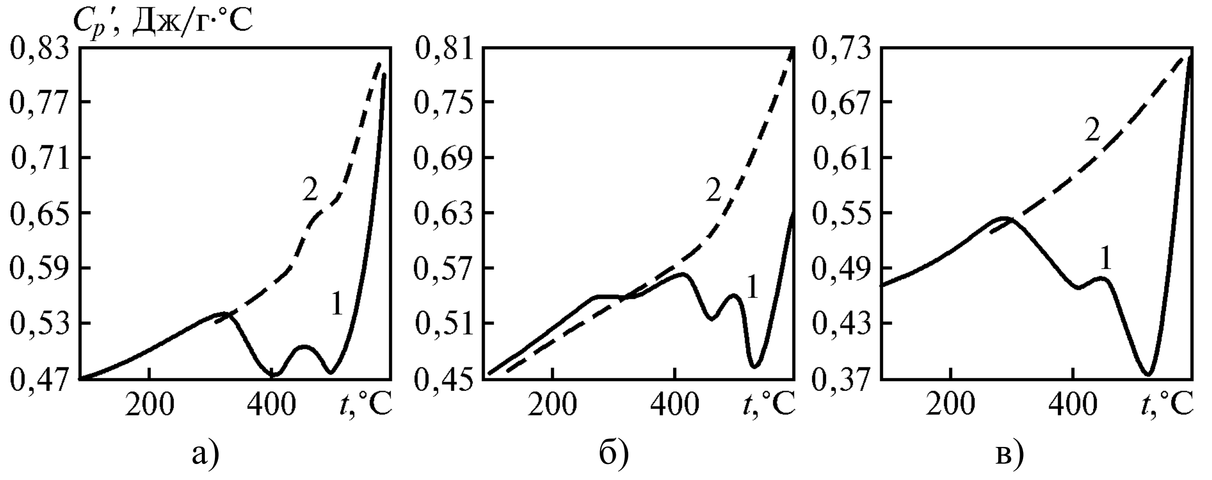



**Рис. 2.11. Температурная зависимость кажущейся теплоемкости сплавов на основе Fe + 7,75 % Ni, содержащих 1,5 % Al (а), 1 % Ti (б), 1,45 % Al и 1,75 % Ti (в): 1 – первый нагрев закаленного образца, 2 – второй нагрев**

Выяснение механизма старения и природы выделяющихся фаз не может быть достигнуто только с помощью калориметрии. Для достижения этого необходимо привлечение других, прежде всего структурных, методов исследования.

Аномалии температурной зависимости теплоемкости наблюдаются и при магнитных превращениях, не сопровождающихся изменением кристаллической решетки. Эти аномалии проявляются в форме резкого пика теплоемкости в непосредственной близости к температуре Кюри, при которой ферромагнитные свойства исчезают и тело становится парамагнетиком (рис. 2.12). Отчетливо видна ферромагнитная аномалия теплоемкости в окрестности точки Кюри.

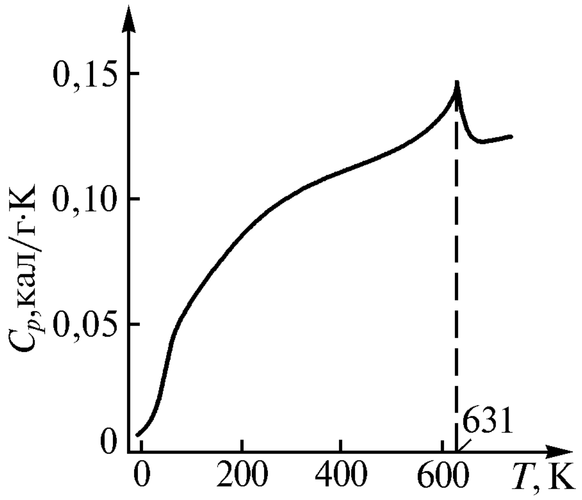



**Рис. 2.12. Температурная зависимость теплоемкости никеля**

# 3. ДИЛАТОМЕТРИЯ

Дилатометрией называют методы исследований теплового расширения веществ и изменений их объема при фазовых превращениях. Приборы, предназначенные для этой цели, называют дилатометрами.

## 3.1. Некоторые закономерности теплового расширения

При нагревании происходит изменение объема твердых тел, величина которого характеризуется объемным коэффициентом теплового расширения $\beta$,

$$\beta = \frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_P, \tag{3.1}$$

где $V$ – объем; $T$ – температура. Индекс $P$ означает постоянство давления. Соотношение Грюнайзена связывает коэффициент теплового расширения с другими величинами:

$$\beta = \gamma \frac{C_V}{V_M} \cdot \chi_T. \tag{3.2}$$

Здесь $\gamma$ – параметр Грюнайзена; $C_V$ – теплоемкость при постоянном объеме; $\chi_T$ – коэффициент изотермической сжимаемости, равный $-\frac{\Delta V}{V \cdot \Delta P}$; $V_M$ – молекулярный объем. Параметр Грюнайзена может быть представлен как

$$\gamma = -\frac{\partial \ln \theta}{\partial \ln V},$$

где $\theta$ – температура Дебая. Выражение (3.2) позволяет оценить температурную зависимость $\beta$. По Грюнайзену $\gamma$ не зависит от температуры. Так как $\chi_T$ и $V_M$ с температурой изменяются слабо, то температурный ход $\beta$ определяется зависимостью $C_V(T)$. Следовательно, коэффициент теплового расширения должен стремиться к нулю при $T \to 0$ K. При повышенных температурах рост $\beta$ затухает, но вновь усиливается при $T > 2\theta$.

Определение объемного коэффициента расширения при повышенных и высоких температурах затруднено или невозможно. Поэтому практически определяют линейный коэффициент расширения $\alpha$, составляющий одну треть объемного.

Существует группа веществ, имеющих отрицательные значения $\alpha$, то есть сжимающихся при нагревании. Например, у германия, кремния и $\alpha$-урана этот эффект наблюдается в узком интервале температур, примыкающем к 0 К. Тепловое расширение $\alpha$-урана резко анизотропно. Ромбическая решетка его сжимается вдоль оси $b$ и расширяется по осям $a$ и $c$ в широком интервале высоких температур. Природа этого эффекта сложна и здесь не рассматривается.

Коэффициент теплового расширения связан со многими другими физическими характеристиками.

О связи $\beta$ и $C_V$ уже упоминалось. Эту связь используют для вычисления $C_V$ по известным значениям $C_P$:

$$C_P - C_V = \frac{\beta^2}{\chi_T} VT. \tag{3.3}$$

Из последнего соотношения очевидно, что $C_P - C_V$ не зависит от знака $\beta$. Для веществ, коэффициент расширения которых меняет знак, наблюдается минимум $C_P - C_V$ при температуре изменения знака $\beta$. В экстремальной точке $C_P = C_V$, то есть $\beta = 0$.

Резко выражена зависимость коэффициента расширения от температуры плавления вещества, характеризуемая различными эмпирическими соотношениями. В частности,

$$\overline{\alpha} \cdot T_{\text{пл}}^{n} = A. \tag{3.4}$$

Здесь $\overline{\alpha}$ – средний линейный коэффициент теплового расширения, постоянные $n$ и $A$ различны по оценкам разных исследователей. Наиболее достоверными считаются значения $n$=1,17, $A$=7,24·10$^{-2}$. Из выражения (3.4) следует, что чем ниже температура плавления металла, тем больше коэффициент его теплового расширения. Относительное изменение объема при нагреве от 0 К до температуры плавления $T_{\text{пл}}$ для многих металлов величина практически постоянная, равная 0,06…0,07.

Магнитные явления в металлах и сплавах могут вносить заметный вклад в их тепловое расширение. Наиболее заметные изменения коэффициента расширения наблюдаются вблизи точек Кюри и Нееля, когда происходит разрушение упорядоченной ориентации спинов электронов внутренних недостроенных оболочек. При этих температурах происходит переход соответственно от ферромагнетизма к парамагнетизму или от антиферромагнетизма к парамагнетизму (см. раздел 6.1). При нагреве хрома, марганца и железа, имеющих положительную производную $dA/da$ (рис. 3.1), происходит уменьшение коэффициента расширения (у хрома почти до нуля), а у никеля, обладающего отрицательной производной $dA/da$, коэффициент расширения возрастает.

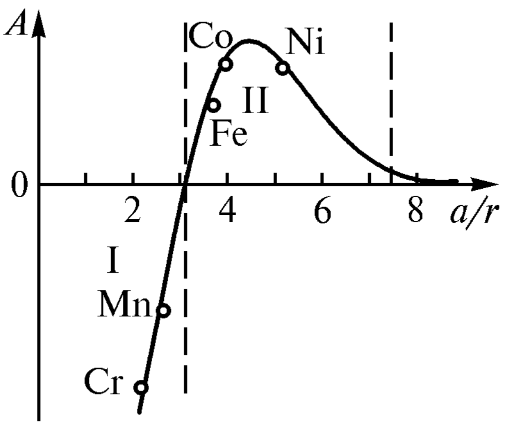



**Рис. 3.1. Условия существования антиферромагнетизма (область I) или ферромагнетизма (область II) в зависимости от обменного интеграла *A* и отношения межатомного расстояния *a* к радиусу внутренней недостроенной оболочки *r***

Наибольшее изменение коэффициента расширения наблюдается у кобальта, значения $A(a/r)$ для которого являются промежуточными между значениями для железа и никеля (рис. 3.2).

Коэффициент теплового расширения связан с упругостью металлов. Для металлов с ГЦК и ОЦК решетками выполняется зависимость

$$\beta V = k\chi_T. \tag{3.5}$$

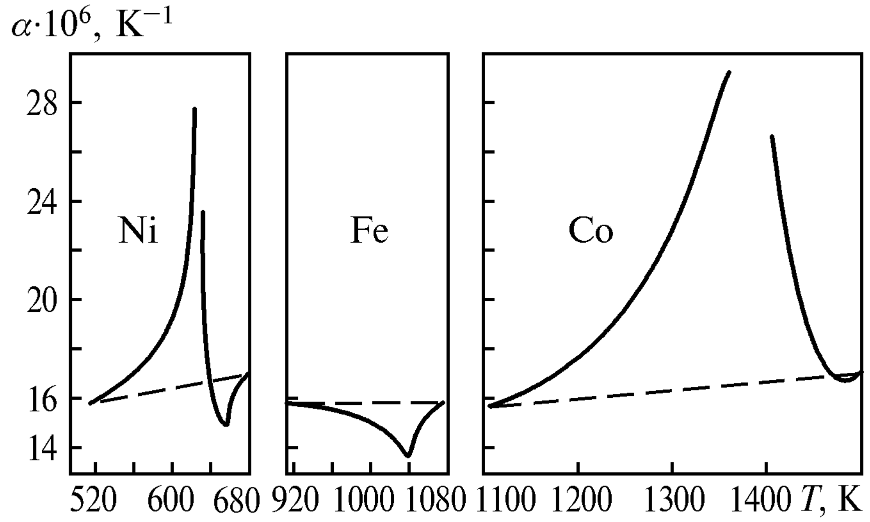



**Рис.3.2.Температурная зависимость линейного коэффициента теплового расширения никеля, железа и кобальта**

Экспериментальные точки хорошо укладываются на прямую в координатах $\beta V - \chi_T$.

Коэффициент теплового расширения зависит также от ряда факторов. Рассмотрим некоторые из них.

Влияние пластической деформации на коэффициент расширения описывается соотношением

$$\beta = \beta_0(1 + A\varepsilon), \tag{3.6}$$

где $\beta_0$ – коэффициент расширения недеформированного металла; $A \approx \chi_T E\gamma/3$ ($E$ – модуль нормальной упругости, $\gamma$ – параметр Грюнайзена), $\varepsilon$ – степень деформации. Значения $A$ для ряда металлов находятся в пределах 1,3…2,3. Таким образом, деформация увеличивает коэффициент термического расширения металла.

Дефекты кристаллического строения любого происхождения должны влиять на тепловое расширение веществ. Наиболее изучено влияние вакансий. Дополнительное увеличение объема, обусловленное их появлением,

$$\Delta V = BV_0 \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right), \tag{3.7}$$

где $B$ – постоянная; $V_0$ – исходный объем; $Q$ – энергия образования вакансий; $k$ – константа Больцмана. Увеличение плотности дефектов решетки повышает коэффициент теплового расширения.

Влияние примесей может быть различным. Обычно считается, что изменение объема металлов при их нагревании мало чувствительно к примесям. Даже при содержании примесей порядка 1 % коэффициент расширения и его температурная зависимость изменяются слабо, если примеси не вызывают появления новых фаз. Иная картина наблюдается на полупро-

водниковых материалах. Электрически активные примеси – доноры или акцепторы – увеличивают коэффициент теплового расширения, что связывают с влиянием свободных носителей заряда на теплоемкость решетки и параметр Грюнайзена. Нейтральные примеси не влияют на тепловое расширение полупроводников.

## 3.2. Методы исследования теплового расширения металлов и объемных эффектов фазовых превращений в них

### 3.2.1. Терминология, общие замечания и рекомендации

Объемному коэффициенту теплового расширения, определенному по уравнению (3.1), соответствует линейный коэффициент расширения

$$\alpha = \frac{1}{l} \cdot \frac{dl}{dT}, \tag{3.8}$$

где $l$ – длина образца при температуре $T$. Величины $\beta$ и $\alpha$ называют истинными коэффициентами расширения при данной температуре. Экспериментальное определение коэффициентов расширения производится в некотором интервале температур $\Delta T = T_2 - T_1$, где $T_1$ – начальная, а $T_2$ – конечная температура. Этим температурам соответствуют объемы образцов $V_1$ и $V_2$ или их длины $l_1$ и $l_2$. Тогда

$$\overline{\beta} = \frac{1}{V_1} \cdot \frac{\Delta V}{\Delta T} = \frac{1}{V_1} \cdot \frac{V_2 - V_1}{T_2 - T_1}; \tag{3.9}$$

$$\overline{\alpha} = \frac{1}{l_1} \cdot \frac{\Delta l}{\Delta T} = \frac{1}{l_1} \cdot \frac{l_2 - l_1}{T_2 - T_1}. \tag{3.10}$$

В этих выражениях $\overline{\beta}$ и $\overline{\alpha}$ – соответственно *средний объемный и средний линейный коэффициенты расширения* в сравнительно узком интервале температур $T_1 \ldots T_2$. С этим не следует путать *средние значения коэффициентов расширения*, измеренные в широких интервалах температур, например, 20…100, 20…500 °С. К сожалению, эти два понятия обычно не различаются.

Значения средних коэффициентов $\overline{\beta}$ и $\overline{\alpha}$ совпадают с истинными значениями $\beta$ и $\alpha$, если коэффициент расширения постоянен или линейно зависит от температуры (рис. 3.3,а). Если же зависимость $\beta(T)$ имеет отрицательную кривизну, то есть $d^2\beta / dT^2 < 0$, то $\overline{\beta} < \beta$ (рис. 3.3,б). В противном случае, когда $d^2\beta / dT^2 > 0$, $\overline{\beta} > \beta$ (рис. 3.3,в).

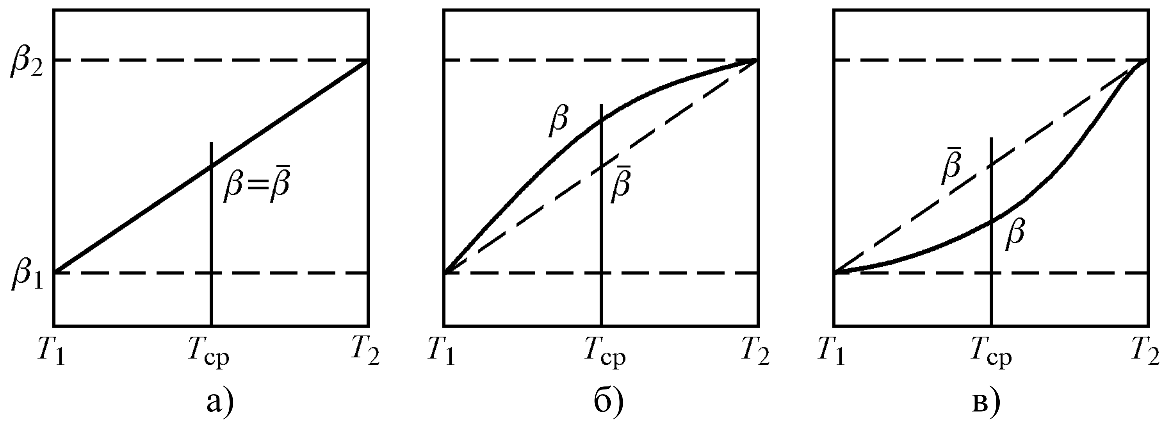



**Рис. 3.3. Соотношение значений среднего $(\bar{\beta})$ и истинного $(\beta)$ коэффициентов объемного теплового расширения в зависимости от кривой $\beta(T)$ (схема)**

Для получения приемлемых погрешностей при определении коэффициента расширения интервалы $\Delta T$ следует выбирать в зависимости от температур измерений: ниже 10 К $\Delta T \le 1$ К, в области $0{,}1\theta < T < \theta$ ($\theta$ – температура Дебая) $\Delta T \le 10$ К. При $\theta < T < 2\theta$ величины, входящие в уравнение (3.2), практически не зависят от температуры, что позволяет расширить интервал измерений и принять $\Delta T \approx 50°$. Наконец, в области $T > 2\theta$, где температурная зависимость коэффициента усиливается, интервал $\Delta T$ должен быть снова сужен. Конкретные значения $\Delta T$ выбираются для каждого данного случая.

Вследствие трудности или невозможности более или менее точного определения объема при температурах, удаленных от комнатной, в подавляющем большинстве случаев измеряют линейный коэффициент теплового расширения. Для поликристаллических и монокристаллических тел с кубической решеткой образцы могут вырезаться в произвольном направлении и при этом $\beta = 3\alpha$. Для поликристаллов гексагональной, тригональной и тетрагональной сингоний средний коэффициент расширения $\alpha_{ср} = 1/3(\alpha_{\parallel} + 2\alpha_{\perp})$, где $\alpha_{\parallel}$ и $\alpha_{\perp}$ – значения коэффициентов расширения, измеренных в параллельном и перпендикулярном направлениях по отношению к главной оси монокристалла. В этих случаях $\beta = 3\alpha_{ср}$.

### 3.2.2. Разновидности дилатометров

Дилатометрами называют приборы, предназначенные для регистрации и измерения теплового расширения материалов и объемных (линейных) эффектов фазовых превращений. С помощью дилатометров тем или

иным методом измеряется изменение длины образца или разности длин исследуемого и эталонного образцов в зависимости от температуры.

Для решения различных научных и практических задач разработано множество конструкций дилатометров, как простых, так и весьма сложных. Ниже приведены краткие сведения об основных разновидностях этих приборов, применяемых в металлофизических исследованиях.

*Механические дилатометры* могут быть двух типов. В одних дилатометрах изменение длины образца преобразуется в поворот стрелки или в перемещение пера на бумаге с помощью рычажной системы. В других – изменение длины образца непосредственно измеряется с помощью механического индикатора часового типа.

Приборы первого типа устарели и в настоящее время почти не применяются.

Чувствительность механических дилатометров обычно не превышает $10^{-3}$ мм.

*Оптические дилатометры* чрезвычайно разнообразны по конструкции и принципу действия. В простейшем случае изменение длины образца определяется путем наблюдения за смещением его торца через микроскопические или телескопические устройства. Такие дилатометры называют также компараторными.

В интерференционных дилатометрах изменение длины образца преобразуется в смещение интерференционной картины, наблюдаемой с помощью микроскопа. Чувствительность этих дилатометров достигает $10^{-6}$ мм при использовании обычных источников света и повышается еще на порядок путем применения лазерного излучения, обладающего строгой монохроматичностью.

*Фотоэлектрические дилатометры* иногда классифицируют как оптические. В них изменение длины образца с помощью различных промежуточных устройств трансформируется в изменение освещенности фотоэлемента или фотосопротивления. Изменение силы тока в цепях этих элементов может быть усилено и записано тем или иным способом. Максимальная чувствительность фотоэлектрических дилатометров составляет $10^{-7}$ мм.

*Емкостные дилатометры* существенно различаются по конструкциям и электрическим схемам, но все они отличаются преобразованием изменения длины образца в изменение емкости конденсатора. Последнее, в свою очередь, преобразуется в изменение частоты переменного тока, измеряемое радиотехническими средствами. Чувствительность емкостных дилатометров может быть очень высокой и ограничивается лишь нестабильностью элементов измерительной схемы. Известны конструкции емкостных дилатометров с коэффициентом увеличения до $10^6$.

*Индукционные дилатометры* отличаются тем, что изменение длины образца воспринимается индуктивным датчиком перемещений, соединенным с измерительной схемой. Чувствительность индукционных дилатометров может быть очень высокой.

В *тензометрических дилатометрах* изменение длины образца сообщается упругому элементу с наклеенными на него тензометрическими датчиками. В упругой области изменение электросопротивления датчика прямо пропорционально его деформации. Чувствительность дилатометра определяется коэффициентом усиления измерительной аппаратуры.

### 3.2.3. Дилатометрический датчик

В технических дилатометрах и во многих приборах, предназначенных для научных исследований, образец помещают в кварцевую трубку с запаянным концом, закрепленную в корпусе прибора (рис. 3.4). Изменение длины образца через кварцевый стержень сообщается измерительной головке. Выбор кварца для деталей дилатометрического датчика обусловлен его малым коэффициентом линейного расширения: в интервале от нуля до 1100 °С $\alpha_к \approx 0{,}55\ 10^{-6}$ 1/К. При 1150 °С в кварце происходит полиморфное превращение в результате чего $\alpha_к$ возрастает до $7\cdot10^{-6}$, что исключает применение кварца при температурах выше 1100 °С. Кроме того, при высоких температурах кварц размягчается, а при 1300 °С плавится.

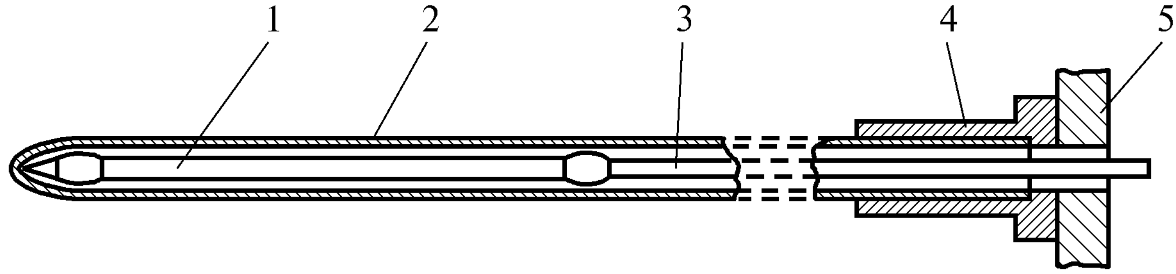



**Рис. 3.4. Дилатометрический датчик: 1 – образец, 2, 3 – кварцевые трубка и стержень, 4– соединительная муфта, 5 – корпус дилатометра**

Перемещение правого торца стержня 3 (рис. 3.4), как это следует из устройства датчика, равно разности расширений образца и кварцевой трубки на длине образца. Так как трубка и стержень изготовлены из одного и того же материала, то их расширение при нагреве за пределами длины образца взаимно компенсируется.

При измерениях по дифференциальной схеме применяют эталон, с которым сравнивается изменение длины образца. Эталон изготавливают из материала, не имеющего фазовых превращений, с известной зависимостью коэффициента линейного расширения, близкой к таковой исследуемых об-

разцов. Кроме того, эталон должен сохранять свои свойства при многократном применении, быть жаростойким, устойчивым против окисления при высоких температурах. Наиболее распространены эталоны из пироса, содержащего 82 % Ni, 7 % Cr, 5 % W, 3 % Mn и 3 % Fe. Пирос применим до 1050 °С. Магнитное превращение, протекающее в пиросе при 200 °С, сопровождается ничтожно малым объемным эффектом, не влияющим на точность дилатометрических измерений. Расширение и сжатие пироса при нагреве и охлаждении практически обратимо. Значения коэффициента расширения пироса при различных температурах приведены в табл. 3.1.

**Таблица 3.1**

**Температурная зависимость истинного коэффициента линейного расширения пироса**

| $t$,°С | 0 | 100 | 200 | 300 | 400 | 500 | 600 | 700 | 800 | 900 | 1000 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $\alpha$, $10^{-6}$ К$^{-1}$ | 12,33 | 13,43 | 14,35 | 15,25 | 16,15 | 17,08 | 17,91 | 18,79 | 19,55 | 20,20 | 20,72 |

Эталон помещают в такую же кварцевую трубку, что и образец, и соединяют его с измерительной головкой кварцевым стержнем. Трубки с образцом и эталоном располагают горизонтально, вплотную, одну над другой (трубка с эталоном находится сверху). В результате образуется единый дифференциальный дилатометрический датчик, позволяющий регистрировать температуру эталона и разность расширений образца и эталона или образца и кварцевой трубки в зависимости от конструкции измерительной головки.

### 3.2.4. Индикаторные дилатометры

Индикаторные дилатометры наиболее просты по устройству и легко могут быть изготовлены в лабораторных условиях. Простой дилатометрический датчик (рис. 3.4) и индикатор часового типа жестко соединяются между собой так, чтобы продольные оси их совпадали. При этом изменение длины образца непосредственно передается штоку индикатора и показания последнего изменяются.

Коэффициент увеличения прибора $k$ равен отношению величины наблюдаемого смещения стрелки индикатора вдоль его шкалы к перемещению $\Delta l$ кварцевого стержня, связанного с образцом. Если $\Delta l = \Delta l_о - \Delta l_к$, $R$ – длина стрелки, считая от ее оси, то при полном обороте стрелки

$$k = \frac{2\pi R}{\Delta l}. \qquad (3.11)$$

Чувствительность индикаторного дилатометра можно значительно повысить, если стрелку заменить зеркальцем, плоскость которого должна

быть параллельна оси стрелки. При повороте зеркальца на угол $\alpha$ луч света, падающий на зеркальце и отражающийся от него, повернется на угол $2\alpha$. Кроме того, расстояние от оси зеркальца до шкалы $R$ можно сделать во много раз больше длины стрелки. Например, при использовании индикатора, ось которого делает один оборот при смещении штока на 1 мм и расстояние от зеркальца до шкалы 500 мм $k = 2\pi \cdot 500 = 3140$.

*Определение среднего коэффициента линейного расширения образца*

Индикатор регистрирует разность расширений образца и кварца, поэтому показания прибора

$$n = k\left(\Delta l_{\text{о}} - \Delta l_{\text{к}}\right). \tag{3.12}$$

Тогда при температурах $t_1$ и $t_2$ соответственно

$$n_1 = k \cdot \left(\Delta l_{\text{о}} - \Delta l_{\text{к}}\right)_{t_1}; \quad n_2 = k \cdot \left(\Delta l_{\text{о}} - \Delta l_{\text{к}}\right)_{t_2}. \tag{3.13}$$

Изменение показаний при нагреве от $t_1$ до $t_2$ равно

$$n_2 - n_1 = k \cdot \left[\left(l_{\text{о}t_2} - l_{\text{о}t_1}\right) - \left(l_{\text{к}t_2} - l_{\text{к}t_1}\right)\right]. \tag{3.14}$$

Разделив последнее уравнение на $kl_{\text{о}t_1}\left(t_2 - t_1\right)$, получаем

$$\frac{n_2 - n_1}{kl_{\text{о}}\left(t_2 - t_1\right)} = \frac{l_{\text{о}t_2} - l_{\text{о}t_1}}{l_{\text{о}t_1}\left(t_2 - t_1\right)} - \frac{l_{\text{к}t_2} - l_{\text{к}t_1}}{l_{\text{о}t_1}\left(t_2 - t_1\right)}. \tag{3.15}$$

Так как в каждый момент времени $l_{\text{о}t} = l_{\text{к}t}$, то первый и второй члены правой части выражения (3.15) представляют собой средние в интервале от $t_1$ до $t_2$ коэффициенты линейного расширения образца $\overline{\alpha_{\text{о}}}$ и кварца $\overline{\alpha_{\text{к}}}$ соответственно. Поэтому

$$\alpha_{\text{о}\left(t_1 \ldots t_2\right)} = \alpha_{\text{к}\left(t_1 \ldots t_2\right)} + \frac{n_2 - n_1}{k \cdot l_{\text{о}t_1}\left(t_2 - t_1\right)}. \tag{3.16}$$

Так как вследствие малости теплового расширения $l_{\text{о}t_1}$ незначительно отличается от $l_{\text{о}}$, то в уравнении (3.16) $l_{\text{о}t_1}$ можно заменить на $l_{\text{о}}$. В дальнейшем это также учитывается.

Из выражения (3.16) можно получить формулу для расчета истинного коэффициента линейного теплового расширения:

$$\alpha_{\text{о}t} = \alpha_{\text{к}t} + \frac{1}{kl_{\text{о}}} \cdot \frac{dn}{dt}. \tag{3.17}$$

Производную $dn/dt$ находят графическим или числовым дифференцированием дилатометрической кривой

$$\alpha_{\text{о}t} = \alpha_{\text{к}} + \frac{M_n}{M_t} \cdot \frac{1}{kl_{\text{о}}} \cdot \text{tg}\varphi. \tag{3.18}$$

Здесь $\alpha_к \approx \alpha_{кt}$, $M_n$ и $M_t$ – масштабы по «$n$» и «$t$», $\varphi$ – угол наклона касательной к дилатограмме $n(t)$ в точке с температурой $t$.

### 3.2.5. Дифференциальный оптико-механический дилатометр Шевенара

Дилатометры Шевенара широко применяются для исследования фазовых превращений в металлах и сплавах благодаря их простоте, надежности и широким возможностям.

Об устройстве дилатометра дает представление рис. 3.5.

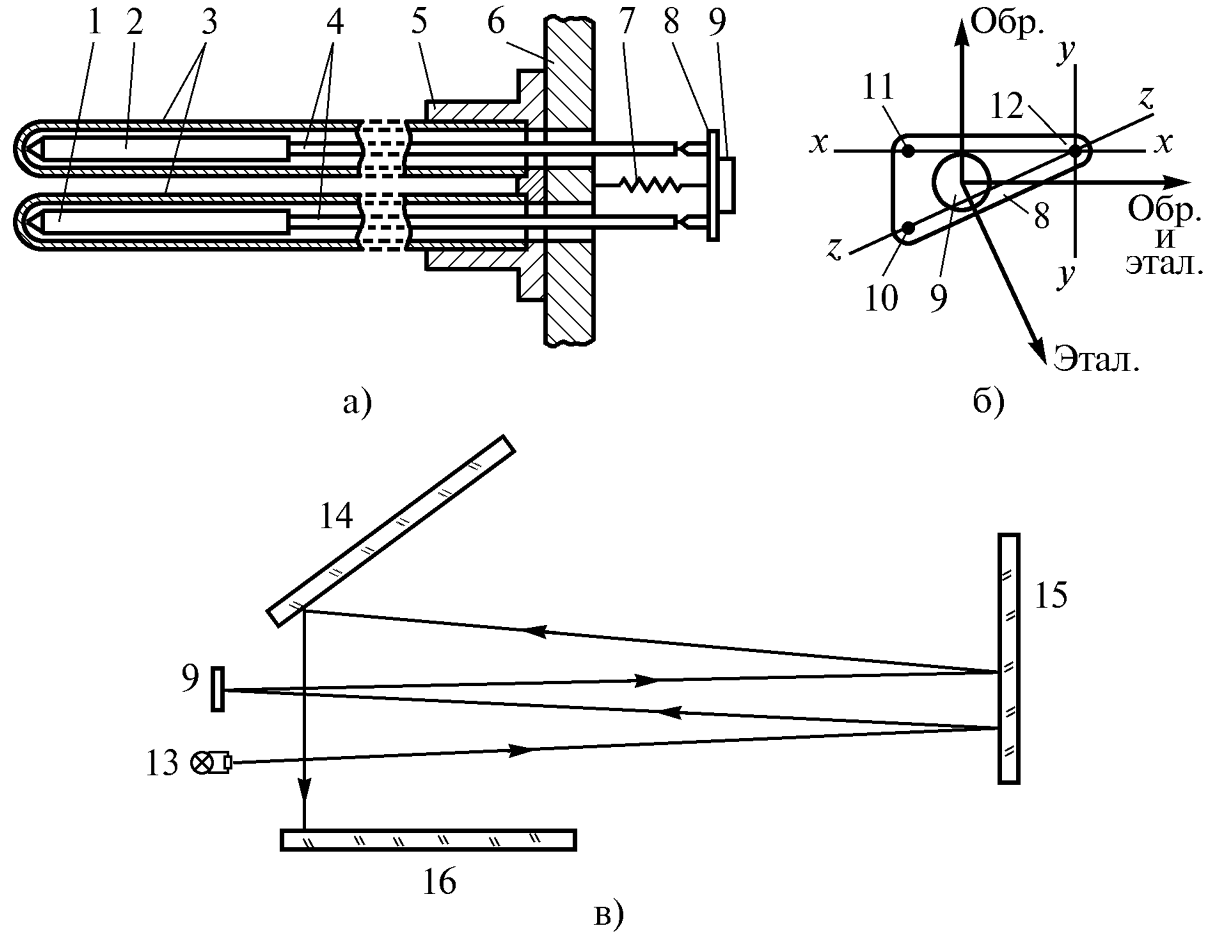



**Рис. 3.5. Элементы конструкции измерительного узла дифференциального дилатометра Шевенара (а, б) и схема движения луча света (в): а – дилатометрические датчики в сопряжении с подвижным зеркальцем: 1 – образец, 2 – эталон, 3 – кварцевые трубки, 4 – кварцевые стержни, 5 – муфта, 6 – корпус прибора, 7 – пружина, 8 – основание зеркальца, 9 – подвижное зеркальце; б – измерительная головка: 10, 11 – опоры зеркальца, связанные с образцом и эталоном соответственно, 12 – неподвижная опора; в) 13 – осветитель, 14, 15 – вспомогательные неподвижные зеркала, 16 – экран из матового стекла или фотопластинка**

Два параллельно размещенных дилатометрических датчика с образцом 1 и эталоном 2 (см. раздел 3.2.3), находящимися в кварцевых трубках 3, жестко закрепленных в муфте 5, установлены на корпусе прибора 6. Небольшое вогнутое зеркальце 9 размещено на основании 8, имеющем три опоры. Две опоры – 10 и 11 – связаны с образцом и эталоном соответственно и могут перемещаться вдоль продольных осей дилатометрических датчиков. Опора 12 неподвижна. Опоры основания зеркальца представляют собой регулировочные винты, необходимые для юстировки зеркальца. Основание 8 зеркальца 9 пружиной 7 прижимается к кварцевым стерженькам 4, упирающимся в торцы образца и эталона. На зеркальце 9 от осветителя 13 падает тонкий пучок света (рис. 3.5,в). Отразившись последовательно от зеркальца 9 и неподвижных зеркал 15 и 14, свет попадает на матовое стекло 16, где появляется светящийся «зайчик». При изменении длины образца и эталона зеркальце 9 поворачивается, что вызывает смещение «зайчика» по матовому стеклу. Заменив последнее фотопластинкой, можно записать дилатограмму.

Перемещение светового пятна «зайчика» по матовому стеклу определяется расположением опор основания зеркальца и изменением длины образца и эталона. Конструкция измерительной головки, показанной на рис. 3.5,б, такова, что подвижные опоры, связанные с образцом и эталоном, расположены одна над другой и вместе с неподвижной опорой образуют вершины прямоугольного треугольника.

Если удалить эталон и заменить его кварцевым стерженьком такой же длины (обычно 50 мм), то при нагревании вследствие расширения образца будет двигаться только опора 10. Вследствие этого основание с закрепленным на нем зеркальцем 9 поворачивается вокруг оси $x$–$x$ (рис. 3.5,б). При этом «зайчик» на экране прибора перемещается вертикально вверх, в направлении «Обр.».

При замене образца кварцевым стерженьком расширение нагревающегося эталона вызовет поворот зеркальца вокруг наклонной оси $z$–$z$ и перемещение «зайчика» в направлении «Этал.».

Если в дилатометре установлены оба образца – исследуемый и эталонный, то при одинаковом их расширении зеркальце будет поворачиваться вокруг вертикальной оси $y$–$y$, что приведет к горизонтальному перемещению «зайчика» на экране прибора.

Из вышеизложенного следует, что изменение длины образца не вносит вклад в горизонтальное смещение «зайчика» по экрану. Последнее определяется только разностью расширений эталона и кварцевой трубки на длине эталона. Это позволяет использовать расширение эталона из пироса для записи температуры нагрева и отказаться от применения термопар. Ниже будет показано, что в некоторых случаях это приводит к существен-

ным погрешностям определения температур характерных точек дилатограммы.

*Градуировка дилатометра* заключается в определении увеличения по осям координат и построении температурной шкалы.

Выберем произвольную точку $b$ на дилатограмме нагрева образца (рис. 3.6). В данном случае $\overline{\alpha_о} < \overline{\alpha_э}$. Пусть $k_x$ и $k_y$ – коэффициенты увеличения дилатометра по осям $x$ и $y$ соответственно. Прямая $ac$, проходящая через точку $b$, перпендикулярна оси $x$. Прямая $oc$ и ее продолжение – след движения «зайчика» при расширении одного эталона (образец заменен кварцевым стерженьком). Тогда с учетом знаков

$$oa = k_x\left(\Delta l_э - \Delta l_к\right) = k_x \cdot \left(\Delta_э - \Delta_к\right) l_о \quad (3.19)$$

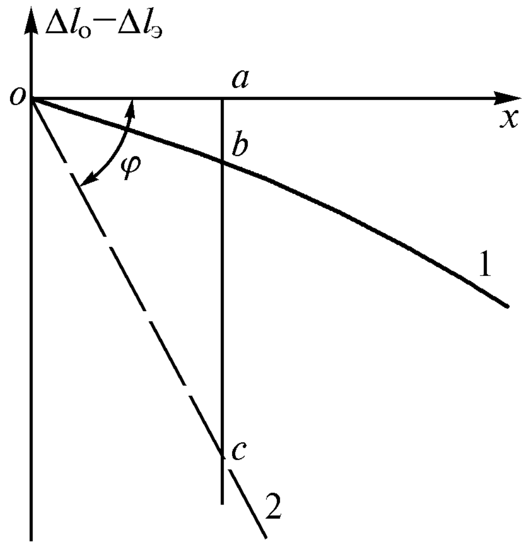



**Рис. 3.6. К определению увеличений дилатометра по осям дилатограммы: 1 – дилатограмма образца; 2 – линия расширения эталона**

(здесь $\Delta = \dfrac{\Delta l}{l_о}$ – относительное изменение длины эталона и кварца с индексами э и к соответственно; $l_о$ – начальная длина образца, эталона и кварцевой трубки на длине образца);

$$ac = k_y\left(-\Delta l_э + \Delta l_к\right) = k_y\left(-\Delta_э + \Delta_к\right) l_о; \quad (3.20)$$

$$cb = k_y\left(\Delta l_о - \Delta l_к\right) = k_y\left(\Delta_о - \Delta_к\right) l_о. \quad (3.21)$$

Пренебрегая знаками, находим

$$\operatorname{tg}\varphi = \frac{ac}{oa} = \frac{k_y\left(\Delta_э - \Delta_к\right) l_о}{k_x\left(\Delta_э - \Delta_к\right) l_о} = \frac{k_y}{k_x} \text{ и } k_y = k_x \operatorname{tg}\varphi. \quad (3.22)$$

Величину $k_x$ находят из выражения (3.19)

$$k_x = \frac{oa}{\left(\Delta_э - \Delta_к\right) l_о}. \quad (3.23)$$

Значения $\Delta_э - \Delta_к$ в зависимости от температуры известны (табл. 3.2). Величину $\operatorname{tg}\varphi$ находят экспериментально, записав расширение эталона в паре с кварцевым стерженьком вместо образца. Заметим, что $k_y$ может быть найден также из выражения (3.20):

$$k_y = \frac{ac}{-\left(\Delta_э - \Delta_к\right) l_о}. \quad (3.23\text{ а})$$

**Таблица 3.2**

**Фрагмент температурной зависимости $\Delta_э$–$\Delta_к$**

| $t$,°C | 0 | 100 | 200 | 300 | 400 | 500 | 600 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $(\Delta_э - \Delta_к)\cdot 10^3$, мм | 0 | 1,24 | 2,57 | 4,00 | 5,51 | 7,12 | 8,81 |

Для определения *ас* в дилатометр должны быть установлены эталон и кварцевый стерженек вместо образца. Очевидно, что это можно совместить с определением $\mathrm{tg}\varphi$. Соотношение (3.22) позволяет проверить правильность установки регулировочных винтов подвижного зеркальца.

*Для определения температуры* любой точки дилатограммы применяют специальные линейки. Зная $k_x$ и, пользуясь данными табл. 3.2, вычисляют *оа* по уравнению (3.19) для 100, 200, 300 °С и так далее, и получают искомую линейку. Например, для определения температуры, соответствующей точке *b* дилатограммы (см. рис. 3.6), линейку располагают параллельно оси *х* на уровне точки *b* и совмещают с осью *у* деление линейки, соответствующее комнатной температуре. Ответ читается на линейке против точки *b*.

*Ординату заданной точки дилатограммы*, например, точки *b* на рис. 3.6, находят из выражений (3.20) и (3.21) как алгебраическую сумму:

$$y = ab = bc + ac = k_y\left(\Delta_о - \Delta_э\right)l_о. \qquad (3.24)$$

Это означает, что ордината любой точки дилатограммы не зависит от изменения длины кварцевых трубок, определяется только разностью изменений длин образца и эталона. Выражение (3.24) можно записать иначе:

$$y = k_y\left(\Delta_о - \Delta_э\right)l_о = k_y\left(\Delta l_о - \Delta l_э\right) = k_y\left[\left(l_{оt_1} - l_о\right) - \left(l_{эt} - l_о\right)\right].$$

Следовательно,

$$y_t = k_y\left(l_{оt} - l_{эt}\right). \qquad (3.25)$$

Последнее соотношение не имеет практического значения, так как описанная выше измерительная головка SN регистрирует не длины образца и эталона, а разность их изменения.

*Разновидности измерительных регистрирующих головок*

Рассмотренная выше головка SN с расположением опор основания зеркальца, показанным на рис. 3.5,б, предназначена для записи дифференциальных дилатограмм, по ординате которых откладываются разность изменений длин образца и эталона. Такая головка удобна при определении температурных интервалов фазовых превращений. Применяются также головки, аналогичные по конструкции SN, но обладающие бóльшим увеличением по одной или обеим осям.

Если необходимо количественно определить изменение длины образца в зависимости от температуры, то следует выбрать одну из головок, записывающих абсолютные дилатограммы в координатах температура (по горизонтали) – $(\Delta l_о - \Delta l_к)$ (рис. 3.7). Дилатограммы, записанные с помощью таких головок, непосредственно отображают изменения длины образцов, легче обрабатываются (рис. 3.8).

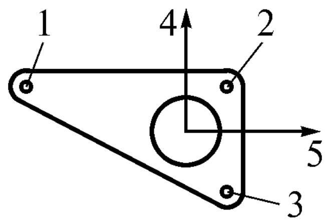



**Рис. 3.7. Схема устройства абсолютных измерительных головок: 1, 3 – опоры, связанные с образцом и эталоном соответственно; 2 – неподвижная опора; 4, 5 – направления движения «зайчика» при расширении эталона и образца**

С другой стороны, чтобы иметь возможность записывать нагрев стали до температур выше точки $A_{c1}$, необходимо уменьшить коэффициент увеличения $k_y$ примерно вдвое по сравнению с таковым головки SN, так как иначе дилатограмма не вмещается в размеры экрана или фотопластинки 13×18 см. Дифференциальная (а) и абсолютная (б) дилатограммы одной и той же стали сопоставлены на рис. 3.8.

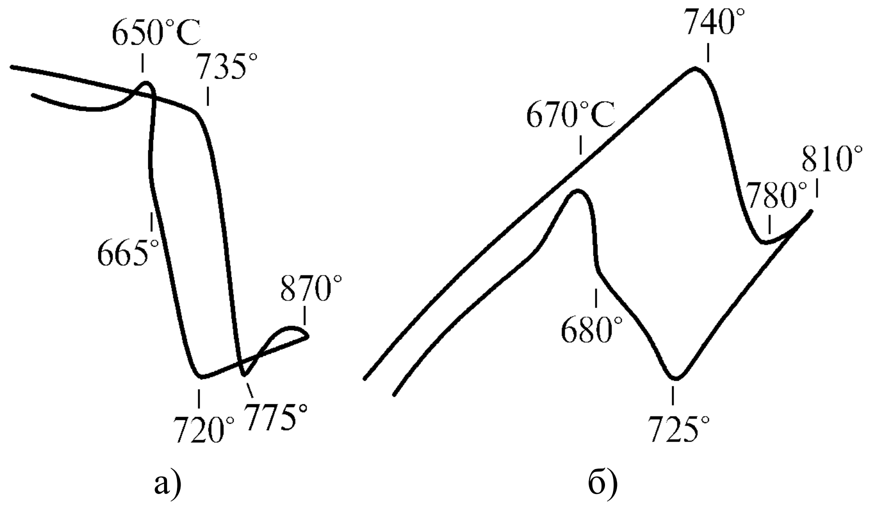



**Рис. 3.8. Дилатограммы стали 40, записанные с помощью головок SN (а) и VHS (б). Коэффициенты увеличения головок SN и VHS соответственно: $k_x$=144,6; $k_y$=318,8 и $k_x$=335; $k_y$=314,2. Скорость нагрева ~1500 К/ч, охлаждения ~1000 К/ч.**

### 3.2.6. Обработка дилатограмм

*Определение температур*, соответствующих характерным точкам дилатограмм, рассмотрено в разделе 3.2.5.

*Определение истинного коэффициента линейного расширения.* Для этой цели удобно воспользоваться выражением (3.25). Разделив его на $k_y l_о$ и продифференцировав по температуре, получим

$$\frac{dl_о}{dt}\cdot\frac{1}{l_о}-\frac{dl_э}{dt}\cdot\frac{1}{l_о}=\frac{dy}{dt}\cdot\frac{1}{k_y l_о}. \qquad (3.26)$$

Следовательно,

$$\alpha_о = \alpha_э + \frac{dy}{dt} \cdot \frac{1}{k_y l_о}, \quad (3.27)$$

или

$$\alpha_о = \alpha_э + \frac{dy}{dx} \cdot \frac{dx}{dt} \cdot \frac{1}{k_y l_о}. \quad (3.28)$$

Производную $dx/dt$ найдем из выражения (3.19):

$$\frac{dx}{dt} = \left[ \left( \frac{dl}{dt} \cdot \frac{1}{l} \right)_э - \left( \frac{dl}{dt} \cdot \frac{1}{l} \right)_к \right] \cdot k_x l_о, \quad (3.29)$$

то есть

$$\frac{dx}{dt} = (\alpha_э - \alpha_к) k_x l_о. \quad (3.30)$$

Подставив найденное значение $dx/dt$ в уравнение (3.28), получим

$$\alpha_о = \alpha_э + \frac{dy}{dx} (\alpha_э - \alpha_к) \cdot \frac{k_x}{k_y}. \quad (3.31)$$

Вычисляя $\alpha_о$, необходимо учитывать знак производной $dy/dx$. Кроме того, следует иметь в виду, что резкое изменение хода дилатометрической кривой обусловлено не температурной зависимостью коэффициента расширения, а объемным эффектом фазового превращения.

*Определение среднего коэффициента термического расширения в интервале температур.* Обозначим через $z_1$ и $z_2$ отрезки вертикальных прямых, заключенные между дилатограммой образца и линией расширения эталона (рис. 3.9).

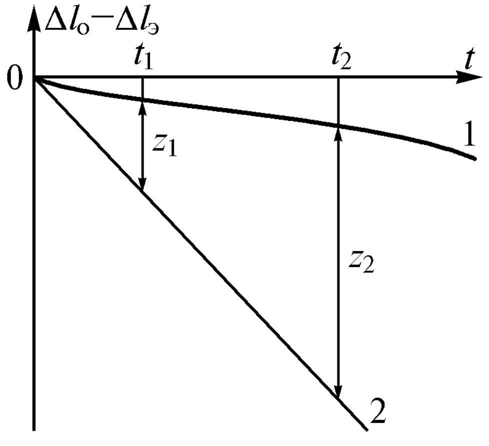



**Рис. 3.9. К определению среднего коэффициента расширения образца в интервале $t_1 \dots t_2$: 1 – дилатограмма образца; 2 – линия расширения эталона**

В соответствии с уравнением (3.21)

$$z_1 = k_y (\Delta_о - \Delta_к)_{t_1} l_о \quad и \quad z_2 = k_y (\Delta_о - \Delta_к)_{t_2} l_о.$$

$$z_2 - z_1 = k_y l_о \left[ (\Delta_{оt_2} - \Delta_{оt_1}) - (\Delta_{кt_2} - \Delta_{кt_1}) \right] =$$

$$= k_y l_о \left( \frac{l_{оt_2} - l_{оt_1}}{l_о} - \frac{l_{кt_2} - l_{кt_1}}{l_о} \right).$$

Разделив последнее выражение на $(t_2 - t_1) k_y l_о$, получим

$$\frac{z_2 - z_1}{(t_2 - t_1) k_y l_о} = \frac{l_{оt_2} - l_{оt_1}}{l_о (t_2 - t_1)} - \frac{l_{кt_2} - l_{кt_1}}{l_о (t_2 - t_1)}. \quad (3.32)$$

Следовательно,

$$\overline{\alpha_о} = \overline{\alpha_к} + \frac{z_2 - z_1}{k_y l_о (t_2 - t_1)}. \quad (3.33)$$

*Оценка дилатометрического эффекта фазового превращения*

Пусть в сплаве при нагреве происходит фазовое превращение, сопровождающееся уменьшением объема (рис. 3.10). В результате превращения коэффициент линейного расширения образца изменяется от $\alpha_{н}$ до $\alpha_{к}$. В случае отсутствия превращения и неизменности $\alpha_{н}$ при нагреве до $t_{к}$ световой «зайчик» оказался бы в точке *e* – на продолжении участка *oa* дилатограммы.

Если допустить, что при отсутствии превращения в точке *a* произошло бы скачкообразное изменение коэффициента расширения от $\alpha_{н}$ до $\alpha_{к}$, то при температуре $t_{к}$ «зайчик» пришел бы в точку *b*. Отрезок *ab* параллелен линии *hi* расширения образца после завершения реального превращения.

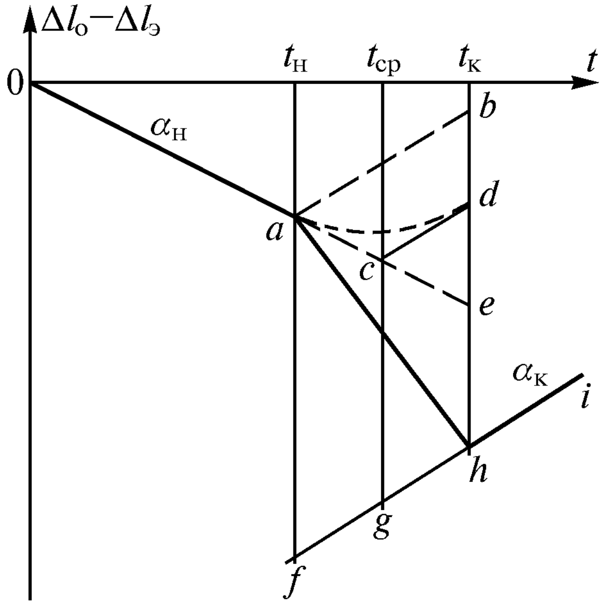



**Рис. 3.10. Схема определения дилатометрического эффекта превращения, протекающего в интервале $t_{н}...t_{к}$ с уменьшением объема**

По-прежнему допуская, что превращение не происходит или происходит с нулевым объемным эффектом, но считая, что коэффициент расширения образца изменяется так, как это происходит в действительности, то есть постепенно возрастает в интервале температур $t_{н}...t_{к}$ от $\alpha_{н}$ до $\alpha_{к}$, получим, что «зайчик» должен перемещаться по кривой *ad*. Точка *d* должна лежать на середине отрезка *be*. На самом деле при температуре $t_{к}$ «зайчик» оказывается в точке *h*. Следовательно, отрезок *dh* и есть дилатометрический эффект фазового превращения.

Величину дилатометрического эффекта можно найти иначе, более простым способом. Для этого участок *oa* дилатограммы, предшествующий превращению, следует продолжить до температуры конца превращения, то есть до точки *e*. Участок дилатограммы *hi*, соответствующий нагреву после окончания превращения, продолжить до температуры начала последнего – до точки *f*. Нетрудно убедиться, что отрезок *gc*, соединяющий середины отрезков *ae* и *fh*, равен отрезку *dh*. Таким образом *gc* – дилатометрический эффект превращения.

Рассмотренный способ определения дилатометрического эффекта превращения базируется на допущении, что шкала температуры, откладываемая по оси *x*, равномерна. В действительности это не так, поскольку температурная зависимость коэффициента расширения пироса нелинейна. Но так

как температурные интервалы фазовых превращений обычно не слишком велики, неравномерностью температурной шкалы можно пренебречь.

Величина дилатометрических эффектов превращений в стали существенно зависит от содержания углерода. Образование аустенита при нагреве сопровождается тем меньшим линейным эффектом, чем выше содержание углерода в стали (рис. 3.11).

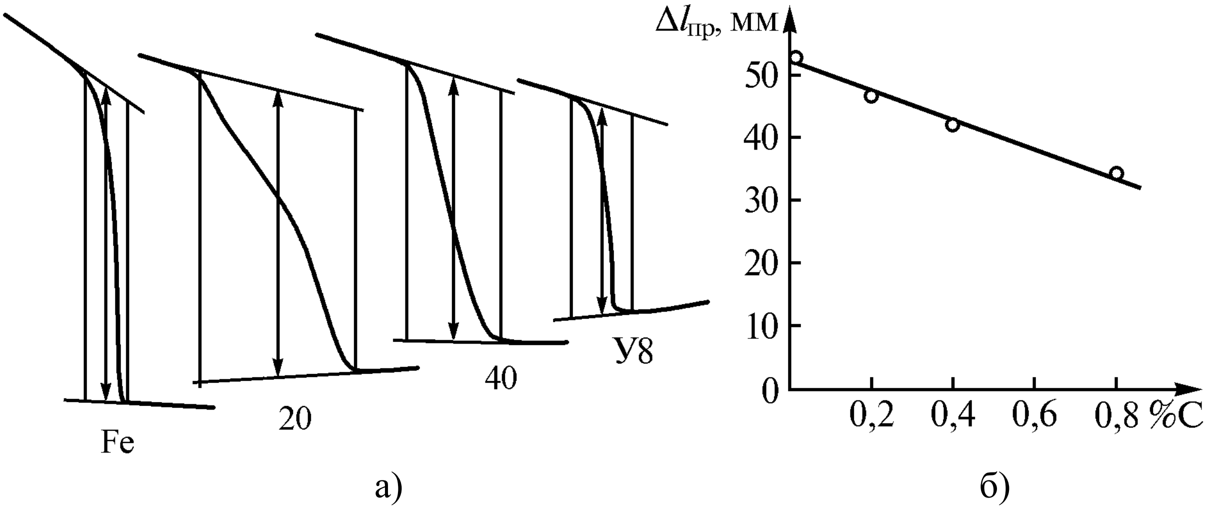



**Рис. 3.11. Фрагменты дилатограмм нагрева железа и углеродистых сталей 20, 40, У8 (а) и зависимость дилатометрического эффекта образования аустенита от содержания углерода в стали (б)**

Это обусловлено увеличением удельного объема аустенита при повышении содержания углерода в нем и, следовательно, уменьшением разности удельных объемов феррито-карбидной и аустенитной структур, определяющей величину дилатометрического эффекта образования аустенита.

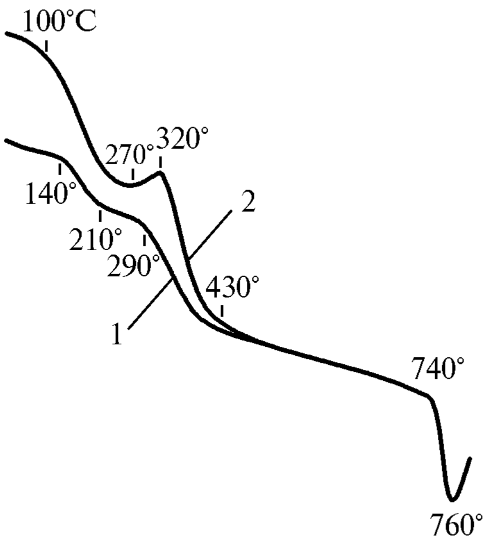



**Рис. 3.12. Дилатограммы нагрева стали У12, закаленной от 780 (1) и 1000 °С (2). Содержание углерода в мартенсите около 0,9 и 1,2 % соответственно**

Дилатометрические эффекты отпуска закаленных сталей, напротив, возрастают при повышении содержания углерода в мартенсите. При этом происходят значительные изменения дилатограмм, обусловленные различиями процессов отпуска в сталях с разным содержанием углерода (рис. 3.12). На дилатограммах высокоуглеродистых сталей ярко выражены эффекты первой стадии отпуска и распада остаточного аустенита, отсутствующие на дилатограммах сталей с низким содержанием углерода.

*Влияние некоторых факторов на дилатограммы*

1. Выше уже отмечалось, что применение эталона избавляет от необходимости использовать термопары для записи температуры. Но при этом нельзя забывать, что по дилатограмме определяется температура эталона, а не образца. Например, во время протекания изотермического превращения в образце температура эталона продолжает повышаться. Следовательно, изотермические превращения на дилатограммах растягиваются на интервал температур. В начале превращения температуры образца и эталона одинаковы, а в конце могут значительно различаться. При нагреве эвтектоидной углеродистой стали со скоростью 800…1000 К/ч в конце образования аустенита температура эталона выше температуры образца на 15…20 °С.

2. Форма дилатограммы даже стабильного материала может значительно искажаться при увеличении скорости нагрева или охлаждения. Например, дилатограммы медленного и быстрого нагрева заэвтектоидной углеродистой стали (рис. 3.13) резко различны в температурной области максимального различия скоростей нагрева (ниже $A_{c1}$).

Повышение скорости охлаждения в субкритическом интервале температур после завершения превращения аустенита также вызывает существенное искажение дилатограммы (см. рис. 3.13,а). Эти искажения обусловлены различием тепловых свойств образца и эталона из пироса (сплав на основе никеля – см. раздел 3.2.3). Наиболее значительно различается теплопроводность железа и никеля – последняя больше, чем теплопроводность железа на 20…40 % в зависимости от температуры. Это должно приводить к более быстрому изменению средней температуры эталона и, следовательно, его длины при ускоренном нагреве или охлаждении, чем стального образца, что и отображено на дилатограммах, приведенных на рис. 3.13.

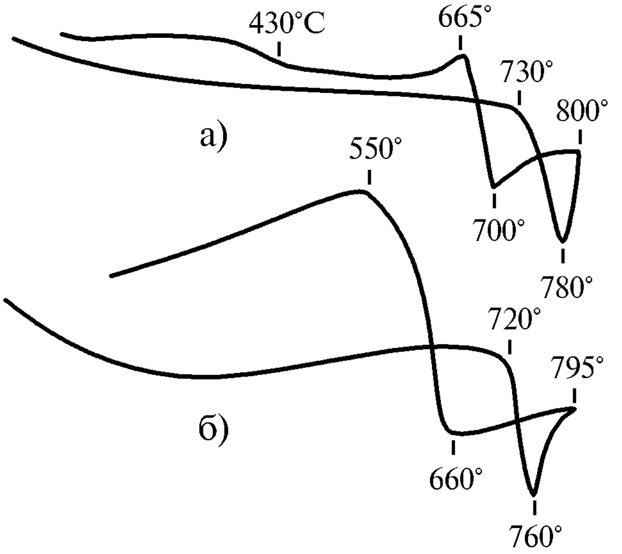



**Рис. 3.13. Дилатограммы заэвтектоидной углеродистой стали: а – медленный нагрев (начальная температура печи 20 °С), охлаждение до 430 °С с печью, далее на воздухе; б – быстрый нагрев (начальная температура печи 650 °С), охлаждение на воздухе**

3. Влияние скорости изменения температуры на дилатограмму наиболее существенно проявляется при охлаждении стальных образцов в интервале протекания фазовых превращений. С ускорением охлаждения темпе-

ратурный интервал диффузионного превращения расширяется и смещается в область более низких температур (см. рис. 3.13). При охлаждении с печью эвтектоидное превращение аустенита происходило в интервале 700…665 °С, а при охлаждении на воздухе – в интервале 660…550 °С. Кроме того, с ускорением охлаждения наблюдается значительное увеличение дилатометрического эффекта превращения. Это нельзя объяснить изменением структуры, происходящим при ускоренном охлаждении. Причиной увеличения дилатометрического эффекта является разогрев образца теплотой превращения. Напомним, что температуры характерных точек дилатограммы определяются по эталону, а действительная температура образца может более или менее отличаться от найденной по дилатограмме. При охлаждении с печью эвтектоидное превращение происходило при почти постоянной температуре, а не в области 700…665 °С, что легко подтверждается путем записи температуры образца с помощью приваренной к нему термопары и электронного потенциометра. Следовательно, к концу распада аустенита температура образца оказывается более высокой, чем она была бы при отсутствии теплового эффекта. Вследствие этого и длина образца оказывается чуть больше. При дальнейшем охлаждении теплота превращения рассеивается, а длина образца несколько уменьшается. Эталон во время превращения в образце охлаждается равномерно. В результате на дилатограмме появляется пик (на рис. 3.13,а – при 665 °С), обусловленный тепловым эффектом превращения.

Высоту пика $\Delta h$ на дилатограмме можно рассчитать по уравнению

$$\Delta h = k_y \, l_0 \, \overline{\alpha} \, \Delta t . \qquad (3.34)$$

Здесь $k_y = 318{,}8$ – коэффициент увеличения головки SN по ординате, $l_0 = 50$ мм – начальная длина образца (см. раздел 3.2.4), $\overline{\alpha} = 16 \cdot 10^{-6} \cdot 1/°\text{C}$ – средний коэффициент расширения образца в интервале превращения, $\Delta t = 20\,°\text{C}$ – разогрев образца тепловым эффектом. При указанных значениях величин получаем $\Delta h = 5{,}1$ мм. На дилатограмме $\Delta h = 6$ мм, что можно считать хорошим согласованием расчетных и экспериментальных данных.

Разогрев образца тепловым эффектом превращения при охлаждении на воздухе составляет около 65 °С, так как при ускоренном охлаждении теплота превращения не успевает рассеиваться. Расчет высоты пика на дилатограмме по уравнению (3.34) дает $\Delta h = 16{,}6$ мм, $\Delta h$ на дилатограмме – около 21 мм.

Полученное расхождение может быть обусловлено трудностью точного определения $\Delta h$ графическим способом по рис. 3.13,б, а также тем, что расчет не учитывает тепловых свойств образца и эталона.

### 3.2.7. Совмещение дилатометрии с термическим анализом

Выше было показано, что при записи дифференциальных дилатограмм температуры образца и эталона в некоторые моменты времени могут существенно различаться. Очевидно, что это может привести к неправильному истолкованию результатов опытов. Для предотвращения такого рода ошибок следует одновременно с записью дилатограммы регистрировать температуру образца. Это можно сделать, приварив тонкую термопару к образцу и присоединив ее к самопишущему прибору, например, к электронному автоматическому потенциометру. Таким образом, одновременно будут записаны дилатограмма и термограмма одного и того же образца. Пример такого совмещения дилатометрии и термического анализа приведен на рис. 3.14.

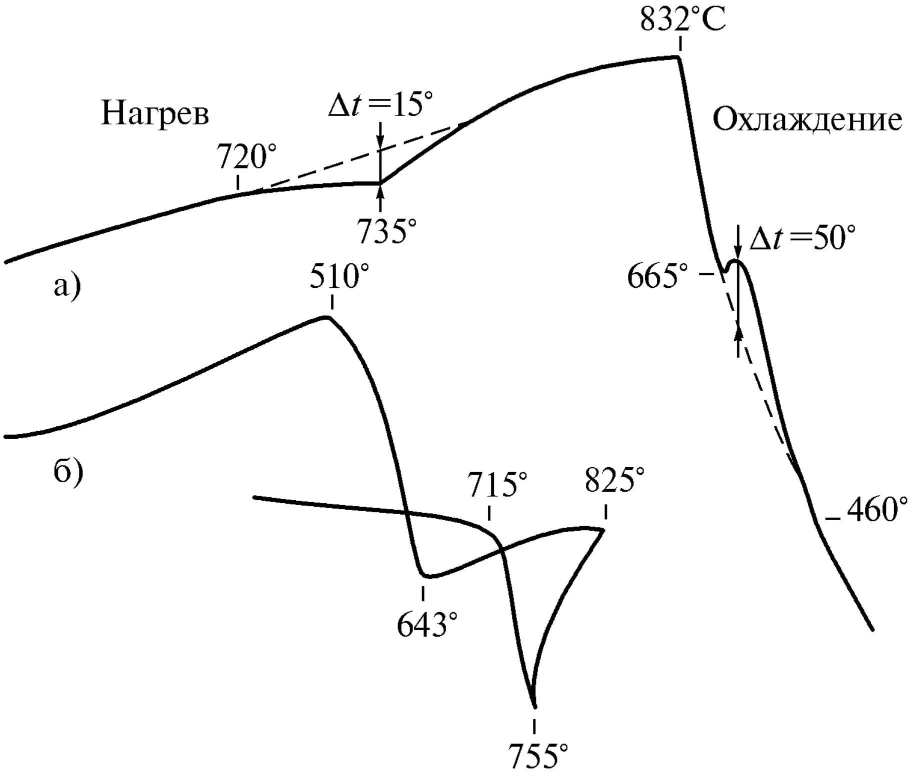



**Рис. 3.14. Одновременно записанные термограмма (а) и дилатограмма (б) заэвтектоидной стали. Скорость нагрева перед началом образования аустенита ~20 °С/с; скорость охлаждения на воздухе от температуры нагрева до начала перлитного превращения ~385 °С/с**

Температуры характерных точек дилатограммы и термограммы различаются в той или иной степени. Температура начала образования аустенита при нагреве соответственно составляет 715 и 720 °С, температура нагрева – 825 и 832 °С. Различие дилатометрической и термографической температур этих точек почти одинаково – 5…7 градусов, что в большинстве

случаев допустимо. Несоответствие температур конца образования аустенита составляет уже 20 ° (755 и 735 °С). Расхождение температур начала перлитного превращения при охлаждении равно 22 °С (643 и 665 °С). Приведенный пример показывает, что температура образца в различные моменты времени может быть как выше, так и ниже температуры эталона.

Анализ одновременно записанных дилатограмм и термограмм при различных скоростях нагрева и охлаждения показывает, что расхождение дилатометрических и термографических температур тем больше, чем выше скорость изменения температуры. Более или менее достоверная оценка температуры образца по дилатограмме возможна только при медленном нагреве и охлаждении с печью. В остальных случаях температуру образца следует определять с помощью приваренной к нему термопары.

### 3.2.8. Некоторые применения дилатометрии

*Определение энергии активации изотермического процесса*

Энергия активации изотермического процесса может быть найдена путем анализа серии дилатограмм, записанных при различных температурах. Для записи изменения длины образца при постоянной температуре применяют подвижную кассету, устанавливая ее вместо матового стекла. Кассета с фотопластинкой медленно перемещается в горизонтальном направлении с помощью электрического двигателя с редуктором. В результате разность изменения длин образца и кварцевой трубки записывается в зависимости от времени при постоянной температуре.

Скорость превращения, протекающего диффузионным путем, экспоненциально зависит от температуры. Так как скорость изменения объема и длины определяется скоростью превращения, то

$$\frac{\Delta l_0}{\Delta \tau} = A e^{-\frac{Q}{RT}}. \qquad (3.35)$$

Здесь $A$ – константа, $Q$ – энергия активации процесса, $R$ – газовая постоянная (в системе СИ $R = 8{,}31 \cdot 10^3$ Дж/моль·К). Логарифмируя выражение (3.35), получаем

$$\ln \frac{\Delta l_0}{\Delta \tau} = \ln A - \frac{Q}{R} \cdot \frac{1}{T}. \qquad (3.36)$$

Последнее уравнение описывает прямую в координатах $\ln \frac{\Delta l}{\Delta \tau} - \frac{1}{T}$, что позволяет определить $A$ и $Q$.

Получив серию дилатограмм при различных температурах (рис. 3.15,а), задают некоторое фиксированное значение $\Delta l$, заключенное между двумя прямыми, параллельными оси абсцисс. Это значение $\Delta l$ достигается за время $\Delta \tau_1 > \Delta \tau_2 > \Delta \tau_3 > \Delta \tau_4$ при температурах $T_1 < T_2 < T_3 < T_4$ соответственно.

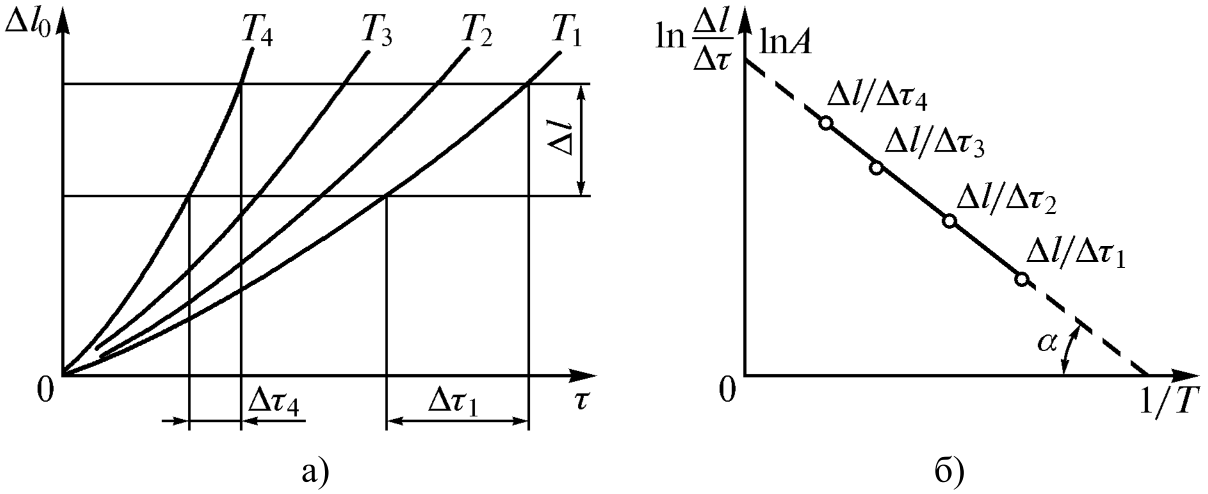



**Рис. 3.15. Дилатограммы изотермического процесса при температурах $T_1<T_2<T_3<T_4$ (а) и результаты их обработки (б)**

По найденным значениям $\frac{\Delta l}{\Delta\tau_1}\ldots\frac{\Delta l}{\Delta\tau_4}$ строят вспомогательный график (рис. 3.15,б). Прямая, проходящая через полученные точки, отсекает на ординате отрезок, равный ln$A$, и образует с осью абсцисс угол $\alpha$, для которого $\mathrm{tg}\alpha = Q/R$, что позволяет найти энергию активации процесса. Значение $\mathrm{tg}\alpha$ находят по отношению величин, отсекаемых прямой на осях координат с учетом масштабов. Если экспериментальные точки не укладываются на прямую, то процесс не подчиняется уравнению (3.35) и энергия активации не может быть найдена рассмотренным методом.

*Определение механизма превращения*

Величина дилатометрического эффекта превращения равна одной трети объемного эффекта. Дилатометрической аномалией называют отклонение от этого соотношения. Дилатометрическая аномалия обусловлена изменением формы превращенного объема, то есть его макроскопической деформацией и указывает на сдвиговый механизм превращения.

Например, при нагреве деформированного сплава 05Н23 образуются дисперсные равноосные зерна $\gamma$-фазы. Появляющаяся при этом дилатометрическая аномалия свидетельствует о сдвиговом механизме $\alpha \to \gamma$ превращения.

*Определение степени превращения аустенита в мартенсит по дилатометрическому эффекту*

Пусть $V_а$ – исходный объем образца, находящегося в аустенитном состоянии, перед началом мартенситного превращения; $V$ – объем образца после образования некоторого количества мартенсита, объемная доля ко-

торого $P_м$; $\vartheta_а$, $\vartheta_м$ – удельные объемы аустенита и мартенсита соответственно (удельный объем – это объем единицы массы). Тогда

$$V = V_а + P_м V_а \cdot \frac{\vartheta_м - \vartheta_а}{\vartheta_а}. \qquad (3.37)$$

Здесь $\frac{\vartheta_м - \vartheta_а}{\vartheta_а}$ – относительное изменение объема при образовании мартенсита. Из последнего уравнения следует

$$P_м = \frac{V - V_а}{V_а} \cdot \frac{\vartheta_а}{\vartheta_м - \vartheta_а} = \frac{\Delta V}{V} \cdot \frac{\vartheta_а}{\vartheta_м - \vartheta_а}. \qquad (3.38)$$

Так как $\frac{\Delta V}{V} = \frac{3\Delta l}{l}$, то

$$P_м = 3\frac{\Delta l}{l} \cdot \frac{\vartheta_а}{\vartheta_м - \vartheta_а}. \qquad (3.39)$$

В этом уравнении $l$ – длина образца, $\Delta l$ – ее изменение в результате превращения. Величина $\Delta l$ находится из дилатометрических измерений.

## 4. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ

Плотностью называют массу единицы объема вещества. Массу определяют путем взвешивания. Напомним, что численное значение плотности, выраженное в г/см$^3$, совпадает с численным значением удельного веса, выраженным в гс/см$^3$. Это позволяет при измерениях массы оперировать результатами взвешивания. Поэтому плотность вещества $\gamma$ можно выразить как отношение веса в вакууме $P_0$ к его объему $V$

$$\gamma = \frac{P_0}{V}. \qquad (4.1)$$

Используя закон Архимеда, взвешивание в вакууме можно заменить взвешиванием в воздухе

$$P_0 = P_1 + \gamma_1 V. \qquad (4.2)$$

Здесь $P_1$ – вес образца в воздухе, $\gamma_1$ – плотность воздуха. Из уравнений (4.1) и (4.2) находим

$$\gamma = \frac{P_1 + \gamma_1 V}{V} = \frac{P_1}{V} + \gamma_1. \qquad (4.3)$$

Определение объема образца путем вычисления по результатам измерения его размеров обычно не обеспечивает необходимой точности. Поэтому объем образца находят косвенным путем, заменяя измерение размеров взвешиванием. Ниже рассмотрены два метода, в которых используется этот прием.

### 4.1. Определение плотности методом трехкратного взвешивания

Определяют вес образца в воздухе $P_1$, вес пикнометра* с жидкостью $P_2$ и вес пикнометра с жидкостью и образцом, погруженным в жидкость, $P_3$. В двух последних случаях уровень жидкости в пикнометре устанавливают по метке на горловине сосуда. Очевидно, что

$$P_3 = P_1 + P_2 - V(\gamma_2 - \gamma_1). \tag{4.4}$$

В этом уравнении $\gamma_2$ – плотность жидкости, заливаемой в пикнометр, $V(\gamma_2 - \gamma_1)$ – вес жидкости, вытесненной образцом. Из последнего уравнения

$$V = \frac{P_1 + P_2 - P_3}{\gamma_2 - \gamma_1}. \tag{4.5}$$

Подставив найденное значение $V$ в уравнение (4.3), получим

$$\gamma = \frac{P_1(\gamma_2 - \gamma_1)}{P_1 + P_2 - P_3}. \tag{4.6}$$

Жидкость, заливаемая в пикнометр, должна хорошо смачивать его стенки и поверхность образа, чтобы не оставалось пузырьков воздуха, которые могли бы уменьшить величины $P_2$ и $P_3$.

### 4.2. Метод гидростатического взвешивания

Как и в предыдущем случае, исходным соотношением для определения плотности служит уравнение (4.3). Для нахождения объема образца его взвешивают в воздухе и в жидкости ($P_1$ и $P_2$ соответственно). Вес образца в вакууме можно выразить через его вес в жидкости аналогично соотношению (4.2). Используя те же соотношения, что и в разделе 4.1, находим

$$P_0 = P_2 + \gamma_2 V. \tag{4.7}$$

Так как правые части уравнений (4.2) и (4.7) равны, то

$$V = \frac{P_1 - P_2}{\gamma_2 - \gamma_1}. \tag{4.8}$$

Подставив найденное значение $V$ в уравнение (4.3), получим

$$\gamma = \frac{P_1(\gamma_2 - \gamma_1)}{P_1 - P_2} + \gamma_1. \tag{4.9}$$

Для взвешивания образца в жидкости его привязывают тонкой проволочкой к чаше аналитических весов и погружают в сосуд с жидкостью. Далее взвешивание производится обычным образом. При этом определяют суммарный вес $P_3$ образца, находящегося в жидкости, и проволочки, частично погруженной в жидкость. Затем определяют вес ($P_4$) без образца проволочки, опущенной в жидкость на ту же глубину, что и при взвешивании образца. Очевидно, что $P_2 = P_3 - P_4$.

---

* Пикнометр – прибор для измерения плотности

# 5. ИЗМЕРЕНИЕ УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ

Электрические свойства веществ характеризуются величиной удельного электрического сопротивления или удельной электропроводности. Удельное сопротивление $\rho$ определяется из соотношения

$$R = \rho \frac{l}{S}, \tag{5.1}$$

где $R$ – сопротивление проводника, $l$ – его длина, $S$ – площадь поперечного сечения. Сопротивление $R$ – структурно-чувствительный коэффициент пропорциональности между напряжением и током в законе Ома. Удельное электрическое сопротивление от размеров образца не зависит, а определяется его химическим составом и структурой всех уровней – от атомно-кристаллической до макроструктуры. Удельная электропроводность $\sigma$ – величина, обратная удельному электрическому сопротивлению ($\sigma = 1/\rho$).

В зависимости от величины удельной электропроводности твердые тела делят на три группы: диэлектрики, полупроводники и металлы (рис. 5.1).

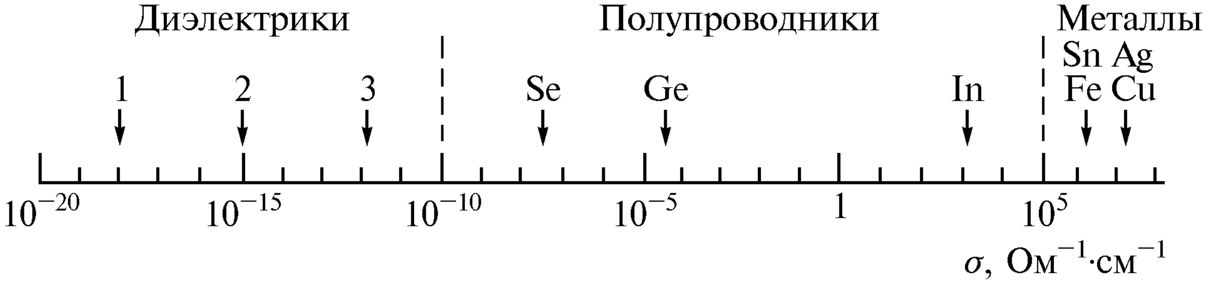



**Рис. 5.1. Электропроводность твердых тел при 20 °С:**
**1 – алмаз, 2 – слюда, 3 – полиэтилен**

Удельное сопротивление существенно зависит от температуры (рис. 5.2).

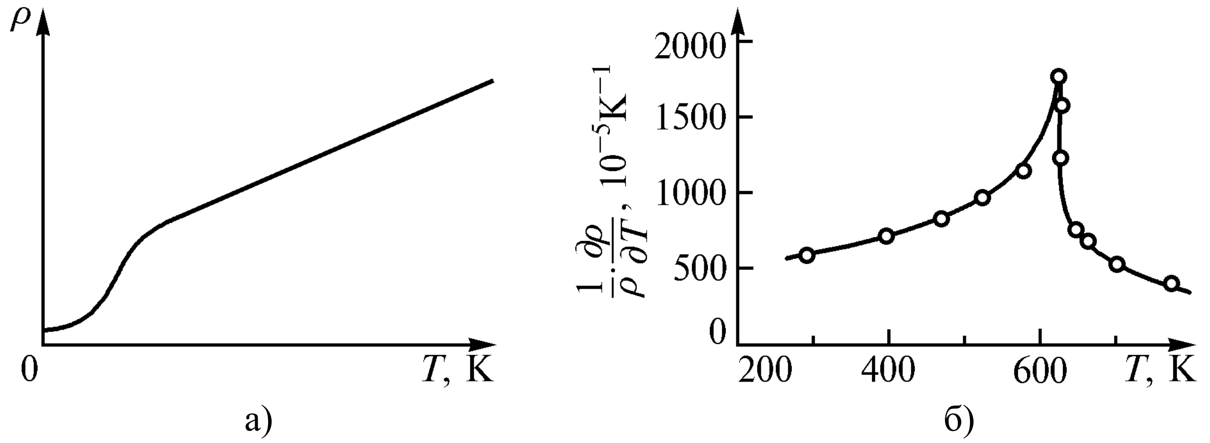



**Рис.5.2. Схема температурной зависимости удельного электрического сопротивления (а) и зависимость температурного коэффициента сопротивления никеля от температуры (б)**

При температуре на несколько градусов выше 0 К сопротивление металлов определяется примесями и дефектами решетки, практически не зависит от температуры и называется остаточным сопротивлением $\rho_0$. С повышением температуры появляются и усиливаются тепловые колебания решетки и сопротивление многих металлов возрастает пропорционально $T^5$, независимо от типа решетки и валентности. Сопротивление большей части переходных металлов при низких температурах изменяется пропорционально $T^n$, где $n$ = 2,0…5,3. При температурах выше $(0{,}1\ldots1)\theta_D$ сопротивление возрастает пропорционально температуре

$$\rho_{t_2} = \rho_{t_1}\left[1+\overline{\alpha_\rho}(t_2-t_1)\right]. \qquad (5.2)$$

Здесь $\rho_{t_1}$, $\rho_{t_2}$ – удельное сопротивление при температурах $t_1$ и $t_2$ соответственно; $\overline{\alpha_\rho}$ – средний в интервале $t_1 \ldots t_2$ температурный коэффициент удельного электрического сопротивления. Отсюда

$$\overline{\alpha_\rho} = \frac{\rho_{t_2}-\rho_{t_1}}{\rho_{t_1}(t_2-t_1)}. \qquad (5.3)$$

Истинный термический коэффициент удельного электрического сопротивления

$$\alpha_\rho = \frac{d\rho}{dt}\cdot\frac{1}{\rho_t}. \qquad (5.4)$$

Измеряя температурный коэффициент удельного электрического сопротивления металлов и сплавов, необходимо учитывать тепловое расширение образца:

$$\overline{\alpha_\rho} = \overline{\alpha_R} + \overline{\alpha}(1+\Delta t\,\overline{\alpha_R}). \qquad (5.5)$$

Здесь $\overline{\alpha_R}$ – средний температурный коэффициент общего электрического сопротивления образца; $\overline{\alpha}$ – средний коэффициент линейного расширения в интервале температур $\Delta t$, в котором определяется $\overline{\alpha_\rho}$. Из рис. 5.2,а следует, что температурный коэффициент электросопротивления изменяется с температурой. Наиболее существенно эта зависимость проявляется у ферромагнетиков в окрестности температуры Кюри (рис. 5.2,б).

Пластическая деформация повышает удельное электрическое сопротивление на несколько процентов. Только электросопротивление вольфрама при значительной деформации возрастает на десятки процентов. Согласно правилу Маттиссена, удельное электрическое сопротивление чистых металлов и твердых растворов низкой концентрации можно представить в виде

$$\rho = \rho_0 + \rho_{(t)}, \qquad (5.6)$$

где $\rho_{(t)}$ – температурно-зависимая часть его. Остаточное сопротивление $\rho_0$ от температуры не зависит. В ферромагнитных металлах колебания системы атомных магнитных моментов вызывают дополнительное рассеяние электронов, что вносит вклад $\rho_m$ в величину удельного сопротивления

$$\rho = \rho_0 + \rho_{(t)} + \rho_m. \tag{5.7}$$

Считается, что возрастание сопротивления при пластической деформации обусловлено увеличением $\rho_0$ вследствие искажений кристаллической решетки. Из вышесказанного следует, что доля $\rho_0$ увеличивается с понижением температуры. Поэтому изучать влияние пластической деформации на удельное электрическое сопротивление следует при возможно более низких температурах.

Так как остаточное сопротивление обусловлено примесями и дефектами кристаллического строения, то любое воздействие, повышающее плотность последних, увеличивает $\rho_0$. К таким воздействиям, кроме пластической деформации, относятся: фазовый наклеп; закалка от высоких температур (в том числе чистых металлов без полиморфных превращений), повышающая концентрацию вакансий; облучение частицами высоких энергий. Например, остаточное сопротивление платины удваивается в результате быстрого охлаждения от 1500 °C (температура плавления Pt равна 1773 °C).

Отжиг чистых металлов и некоторых сплавов, подвергнутых названным выше воздействиям, снижает электрическое сопротивление и может привести к полному его восстановлению даже при нагреве ниже температуры рекристаллизации.

## 5.1. Методы измерения электрического сопротивления

Экспериментально определяют величину полного или общего электрического сопротивления образца *R*, а величину удельного электросопротивления $\rho$ находят из соотношения (5.1).

В большинстве случаев в металлофизических исследованиях приходится измерять весьма малые электрические сопротивления – порядка $10^{-1}...10^{-3}$ Ом, а иногда и менее, что обусловлено размерами образцов. В зависимости от реальных возможностей образцы изготавливают в виде проволоки, ленты или вытачивают на токарном станке. Длина образцов обычно не превышает 50...100 мм, а поперечное сечение находится в пределах от долей мм$^2$ до 15...20 мм$^2$. В связи с этим к методам измерения электрического сопротивления предъявляются повышенные требования по чувствительности и точности. В порядке повышения этих характеристик расположены рассмотренные ниже методы измерения электросопротивления.

### 5.1.1. Метод вольтметра-амперметра

Этот метод наиболее прост и легко может быть приспособлен для записи быстрых изменений электрического сопротивления.

В одном из двух вариантов метода образец сопротивлением $R_X$ включается последовательно с амперметром, а вольтметр измеряет падение напряжения на них (рис. 5.3,а). Если $I_а$ и $U_в$ – показания амперметра и вольтметра, то кажущееся сопротивление образца

$$R'_X = \frac{U_в}{I_а}. \qquad (5.8)$$

Очевидно, что $U_в = I_а R_а + I_а R_X$, где $R_а$ – внутреннее сопротивление амперметра. Подставив значение $U_в$ в уравнение (5.8), получаем

$$R'_X = R_X + R_а$$

и, следовательно,

$$R_X = R'_X - R_а. \qquad (5.9)$$

Таким образом, при использовании схемы, приведенной на рис. 5.3,а, необходимо возможно точнее знать сопротивление амперметра $R_а$ или иметь уверенность, что $R_а \ll R_X$. Это соотношение должно выполняться в любом случае.

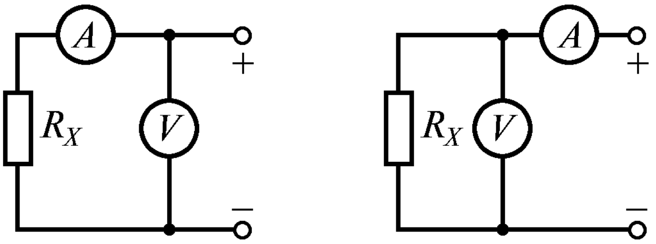



**Рис. 5.3. Принципиальные схемы соединений образца и измерительных приборов при измерении сопротивления методом вольтметра-амперметра**

В другом варианте метода (рис. 5.3,б) вольтметр измеряет падение напряжения на образце, а амперметр показывает силу суммарного тока, протекающего через параллельно соединенные образец и вольтметр. В этом случае кажущееся сопротивление также определяется соотношением (5.8). Так как вольтметр измеряет падение напряжения на образце, то $U_в = U_X = I_X R_X$, где $I_X$ – ток, протекающий через образец. Показание амперметра $I_а = I_X + I_в$, поэтому соотношение (5.8) может быть записано в следующем виде:

$$R'_X = \frac{I_X R_X}{I_X + I_в},$$

где $I_в$ – ток, протекающий через вольтметр. По закону Ома $I_в = U_в / R_в = U_X / R_в = I_X R_X / R_в$. Поэтому

$$R'_X = \frac{R_X R_в}{R_в + R_X}. \qquad (5.10)$$

Отсюда находим

$$R_X = \frac{R'_X \cdot R_в}{R_в - R'_X}. \qquad (5.11)$$

Следовательно, $R'_X$, определяемое по формуле (5.8), тем ближе к действительному значению сопротивления образца $R_X$, чем больше сопротивление вольтметра превышает сопротивление образца.

При анализе обеих разновидностей метода не учитывалось сопротивление соединительных проводов и переходные сопротивления контактов, которые должны быть возможно меньше.

*Для непрерывной записи сопротивления образца* в зависимости от времени или температуры, вольтметр и амперметр заменяют гальванометрами магнитоэлектрического или шлейфового осциллографа.

Магнитоэлектрический осциллограф – это прибор для фотозаписи быстро изменяющихся токов или напряжений с помощью малогабаритных зеркальных гальванометров, отличающихся малой инерционностью и, следовательно, высоким быстродействием. Осциллографы этого типа содержат 6…12 гальванометров, что позволяет одновременно записывать на фотопленку или специальную рулонную фотобумагу соответствующее число величин.

Высокое быстродействие гальванометров обусловлено тем, что они имеют очень малые размеры (диаметр корпуса 5…6 мм), а их подвижная система обладает ничтожной массой. Рамка гальванометра содержит всего один виток в виде длинной, узкой петли, закрепленной между полюсами постоянного магнита, общего для всех гальванометров. К середине петли или шлейфа прикреплено крохотное зеркальце. Петля вместе с зеркальцем погружены в демпфирующую жидкость, гасящую свободные колебания. Зеркальца всех гальванометров освещаются источником света, а отраженные ими лучи фокусируются в точки длинной цилиндрической линзой и попадают на фотобумагу или фотопленку. Перемещение лучей можно видеть на матовом экране осциллографа. Гальванометры осциллографа различаются по чувствительности и быстродействию, характеризуемому максимальной частотой переменного электрического тока, записываемого без искажений. Предельная рабочая частота достигает 10 кГц.

Зеркальные гальванометры осциллографа градуируют по напряжению, сравнивая отклонение луча на матовом стекле, фотобумаге или пленке с показаниями образцового вольтметра (рис. 5.4,а).

Для записи быстро изменяющегося электросопротивления собирают схему по рис. 5.4,б. Показания $U_X$ гальванометра Г1 пропорциональны падению напряжения на образце $R_X$, а показания $U_д$ гальванометра Г2 –

напряжению на добавочном резисторе $R_д$, величина которого известна с высокой точностью. Если токи $I_X$ и $I_д$, протекающие через гальванометры Г1 и Г2, пренебрежимо малы (единицы миллиампер) по сравнению с током, проходящим через $R_X$ и $R_д$, то

$$R_X = \frac{U_X}{I_X};\ I_X = I_д = \frac{U_д}{R_д};\ R_X = R_д \frac{U_X}{U_д}. \quad (5.12)$$

Заметим, что непосредственно отсчитываются по осциллограмме не напряжения, а показания $\alpha_1$ и $\alpha_2$ гальванометров Г1 и Г2, связанные соотношениями $U_X = k_1\alpha_1$, $U_д = k_2\alpha_2$, поэтому соотношения (5.12) практически имеют вид

$$R_X = R_д \frac{k_1\alpha_1}{k_2\alpha_2} = k' R_д \frac{\alpha_1}{\alpha_2} = K \frac{\alpha_1}{\alpha_2}. \quad (5.13)$$

Коэффициенты пропорциональности $k_1$, $k_2$ и постоянная $K = \frac{k_1}{k_2} R_д$ определяются при градуировке гальванометров.

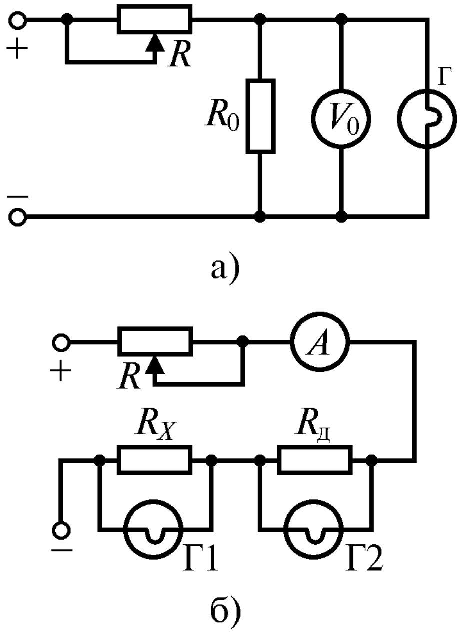



**Рис. 5.4. Схемы градуировки гальванометра Г по напряжению (а) и непрерывной записи электрического сопротивления методом вольтметра – амперметра (б): *R* – регулировочный реостат, $R_0$ – образцовый резистор, $V_0$ – образцовый вольтметр, А – амперметр, $R_X$ – образец, $R_д$ – добавочное сопротивление, Г1 и Г2 – гальванометры осциллографа, проградуированные по напряжению**

### 5.1.2. Мостовые методы измерения электросопротивления

Мостовые методы широко применяют для измерения как малых, так и больших сопротивлений, различающихся на несколько порядков. Различают простой или одинарный и двойной электрические мосты. Первый проще, позволяет с достаточной точностью измерять высокоомные сопротивления, но при измерении малых сопротивлений погрешность возрастает. Двойной мост дает возможность с приемлемой погрешностью измерять даже весьма малые сопротивления.

*Простой мост.* При измерении сопротивления образца $R_X$ методом простого моста (рис. 5.5) образцовое или эталонное сопротивление $R_0$ выбирают того же порядка, что и $R_X$. Переменные резисторы $R1$ и $R2$ могут быть значительно больше. Их величину в ходе измерения $R_X$ подбирают так, чтобы ток через нуль-гальванометр отсутствовал (равновесие моста). Это означает, что потенциалы точек 2 и 4 равны, то есть $U_2 = U_4$, через $R_X$

и $R_0$ протекает один и тот же ток $I_1$, а через $R1$ и $R2$ – ток $I_2$. Падение напряжения на участках схемы моста: $U_1 - U_2 = I_1 R_X$, $U_2 - U_3 = I_1 R_0$. Разделив первое уравнение на второе, получим

$$\frac{U_1 - U_2}{U_2 - U_3} = \frac{R_X}{R_0}. \qquad (5.14)$$

Аналогичным образом, сравнивая падение напряжения на резисторах $R1$ и $R2$, найдем $U_1 - U_4 = I_2 R1$, $U_4 - U_3 = I_2 R2$ и

$$\frac{U_1 - U_4}{U_4 - U_3} = \frac{R1}{R2}. \qquad (5.15)$$

Так как в момент равновесия моста $U_2 = U_4$, то левые части уравнений (5.14) и (5.15) равны, следовательно,

$$\frac{R_X}{R_0} = \frac{R1}{R2} \quad \text{и} \quad R_X = R_0 \frac{R1}{R2}. \qquad (5.16)$$

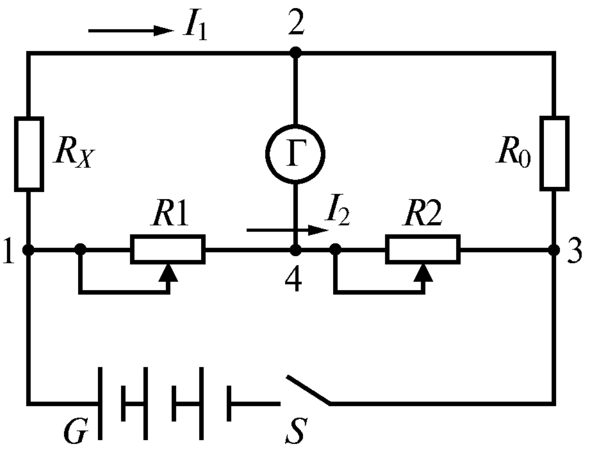



**Рис. 5.5. Упрощенная принципиальная схема простого электрического моста: *G* – источник постоянного тока, *S* – выключатель**

В реальных конструкциях электрических мостов сопротивление $R1$ образовано несколькими последовательно включенными декадами резисторов. В каждой декаде последовательно включено 10 (иногда девять) одинаковых резисторов, любое число из которых может быть включено в общую цепь (рис. 5.6).

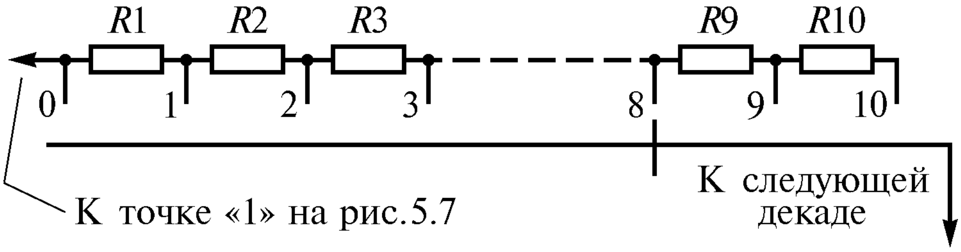



**Рис. 5.6. Схема декады измерительных резисторов**

Резисторы, образующие каждую следующую декаду, имеют сопротивление в 10 раз меньшее, чем резисторы предыдущей декады. Пусть, например, имеется три последовательно включенных декады с резисторами по 10,0; 1,0 и 0,1 Ом. Переключатели первой, второй и третьей декады установлены в положения 8, 3 и 5 соответственно. Тогда в общую цепь включено 10·8 + 1·3 + 0,1·5 = 83,5 Ом. Величина сопротивлений $R_0$ и $R2$ (см. рис. 5.5) также устанавливается с помощью переключателей, но число переключаемых резисторов значительно меньше.

Применение простого моста для измерения сопротивлений менее 0,1…0,01 Ом приводит к увеличению погрешностей, так как на участке 1–2 схемы (рис. 5.5) кроме $R_X$ действует сопротивление проводов и переходное сопротивление контактов, сумма которых может оказаться соизмеримой с $R_X$. Переход к схеме двойного моста позволяет значительно снизить указанную погрешность.

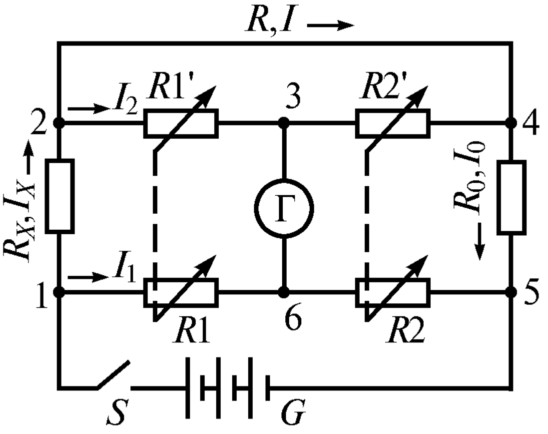



**Рис. 5.7. Упрощенная схема двойного электрического моста**

*Двойной мост.* Электрическая схема двойного моста (рис. 5.7) получается путем добавления к схеме простого моста (рис. 5.5) цепочки измерительных резисторов $R1' - R2'$. Сопротивление резисторов $R1$, $R1'$, $R2$ и $R2'$ значительно больше, чем $R_X$ и $R_0$. Это позволяет существенно ослабить влияние соединительных проводов и переходных сопротивлений контактов на результат измерений. Сопротивление перемычки $R$ должно быть возможно меньшим. Сопротивления каждой пары переменных резисторов $R1 - R1'$, $R2 - R2'$ ступенчато изменяются одной рукояткой, причем всегда

$$R1 = R1' \quad \text{и} \quad R2 = R2'. \tag{5.17}$$

Применяя закон Кирхгофа к точкам 2 и 4 схемы, находим, что

$$I_X = I + I_2 = I_0. \tag{5.18}$$

Падение напряжения на измерительных резисторах с учетом соотношения (5.17) $U_1 - U_6 = I_1 R1$, $U_6 - U_5 = I_1 R2$ и $U_2 - U_3 = I_2 R1$, $U_3 - U_4 = I_2 R2$. Отсюда находим

$$\frac{U_1 - U_6}{U_6 - U_5} = \frac{R1}{R2} \quad \text{и} \quad \frac{U_2 - U_3}{U_3 - U_4} = \frac{R1}{R2}. \tag{5.19}$$

Поменяв местами средние члены соотношений (5.19) и вычтя второе из первого, а также учтя, что при равновесии моста $U_6 = U_3$, и еще раз поменяв местами средние члены пропорций, получаем

$$\frac{U_1 - U_2}{U_4 - U_5} = \frac{R1}{R2}. \tag{5.20}$$

Так как $U_1 - U_2 = I_X R_X$, $U_4 - U_5 = I_0 R_0$, а согласно (5.18) $I_X = I_0$, то

$$R_X = R_0 \frac{R1}{R2}. \tag{5.21}$$

Расчетная формула для двойного моста та же, что и для простого (см. соотношение (5.16)), но двойной мост позволяет измерять значительно

меньшие сопротивления, чем одинарный. При чувствительности нуль-гальванометра $10^{-8}$ А на деление шкалы с помощью двойного моста можно измерять сопротивления до $10^{-5}$ Ом.

Высокая чувствительность двойного моста обусловлена особенностями его конструкции. Так как $R_X$ и $R_0$ во много раз меньше, чем $R1$, $R1'$ и $R2$, $R2'$, то токи $I_X = I_0$ много больше, чем $I_1$ и $I_2$ при условии, что сопротивление перемычки $R$ весьма мало. В таком случае небольшие колебания сопротивления в цепи измерительных резисторов не вызовут заметных изменений потенциалов точек 3 и 6, то есть равновесие моста не нарушится. С другой стороны, даже небольшое изменение $R_X$ вызовет, благодаря большому току $I_X$, заметное падение напряжения на нем, что приведет к изменению показаний нуль-гальванометра.

Ток $I_X$ нельзя устанавливать чрезмерно большим, так как нагрев образца может вызвать заметное изменение его сопротивления. Например, нагрев железного образца на 5 °С повышает его электросопротивление на 3 %.

В реальных конструкциях мостов $R2 = R2'$ выбираются для некоторых пределов изменения $R_X$ постоянными, а балансировка моста производится изменением $R1$ и $R1'$.

### 5.1.3. Компенсационный метод

Метод основан на сравнении падения напряжений на образце и эталонном или образцовом резисторе.

*Измерение падения напряжения или ЭДС* наиболее точно производится компенсационным методом с помощью потенциометров (рис. 5.8). Батарея $G$, регулировочный реостат $R_р$ и калиброванное сопротивление $R_0$ образуют цепь рабочего тока потенциометра. К движку резистора $R_0$ через нуль-гальванометр переключателем $S$ могут поочередно подключаться нормальный элемент $E_N$ или источник измеряемой ЭДС $E_X$.

Нормальный элемент является мерой ЭДС постоянного тока и служит для точной установки рабочего тока $I_0$, протекающего по резистору $R_0$. Насыщенные нормальные элементы имеют ЭДС в пределах 1,018540…1,018730 В при 20 °С, воспроизводимую с погрешностью до $5 \cdot 10^{-4}$ %. Недостатком их является малый допустимый ток – около 1 мкА. Ненасыщенные элементы могут выдерживать ток до 10 мкА, но их ЭДС, находящаяся в пределах 1,018800…1,019600 В, воспроизводится с погрешностью до $2 \cdot 10^{-3}$ %.

Для точной установки рабочего тока $I_0$ подключают нормальный элемент $E_N$ к резистору $R_0$ и, перемещая движок последнего, устанавливают указатель нуль-гальванометра на нулевое деление. В этот момент па-

дение напряжения на участке резистора $R_0$ от точки $a$ до движка (точка $b$) равно ЭДС $E_N$,

$$E_N = I_0 r_N. \qquad (5.22)$$

Здесь $r_N$ – сопротивление участка $ab$ резистора $R_0$. Затем, подключив $E_X$ к $R_0$, снова устанавливают указатель гальванометра на нуль. При этом движок резистора $R_0$ оказывается в некоторой точке $b'$ и

$$E_X = I_0 r_X, \qquad (5.23)$$

где $r_X$ – сопротивление участка $R_0$ от точки $a$ до $b'$. Разделив уравнение (5.23) на уравнение (5.22), получим

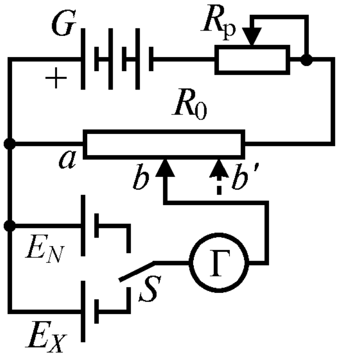



**Рис. 5.8. Схема, иллюстрирующая принцип измерения ЭДС компенсационным методом**

$$E_X = E_N \frac{r_X}{r_N}. \qquad (5.24)$$

Из последнего соотношения вытекает, что если поддерживать рабочий ток всегда одинаковым, то $E_X = kr_X$, где $k = E_N / r_N$ – постоянная для заданного рабочего тока величина. Это позволяет проградуировать резистор $R_0$ в единицах ЭДС, то есть в вольтах. В таком случае значение $E_X$ может отсчитываться по положению движка резистора $R_0$, а установка рабочего тока производится иначе, чем описано выше. Для этой цели движок $R_0$ устанавливают в положение, соответствующее ЭДС нормального элемента при данной температуре, затем реостатом $R$ добиваются нулевого показания нуль-гальванометра. В дальнейшем можно сразу находить $E_X$, периодически проверяя правильность установки рабочего тока. Для повышения стабильности рабочего тока батарея $G$ (рис. 5.8) должна иметь большую емкость – сотни ампер-часов. Это позволяет длительное время не отключать батарею, даже в перерывах между измерениями, что повышает стабильность рабочего тока.

Конструкция потенциометра должна позволять уверенно отсчитывать несколько значащих цифр величины измеряемой ЭДС или падения напряжения. Рис. 5.9 дает представление об устройстве потенциометра более близкое к действительности, чем рис. 5.8.

Прямоугольный замкнутый контур АВСД на рис. 5.9 со всеми включенными элементами представляет собой цепь рабочего тока. Элементы $R\text{Д}_0$, $R_0$, $R$Д1 и $R$1 (а также $E_N$ вне цепи рабочего тока) служат для установки и контроля рабочего тока. Декада резисторов (см. рис. 5.6) $R$Д1 позволяет компенсировать изменения $E_N$ в зависимости от температуры.

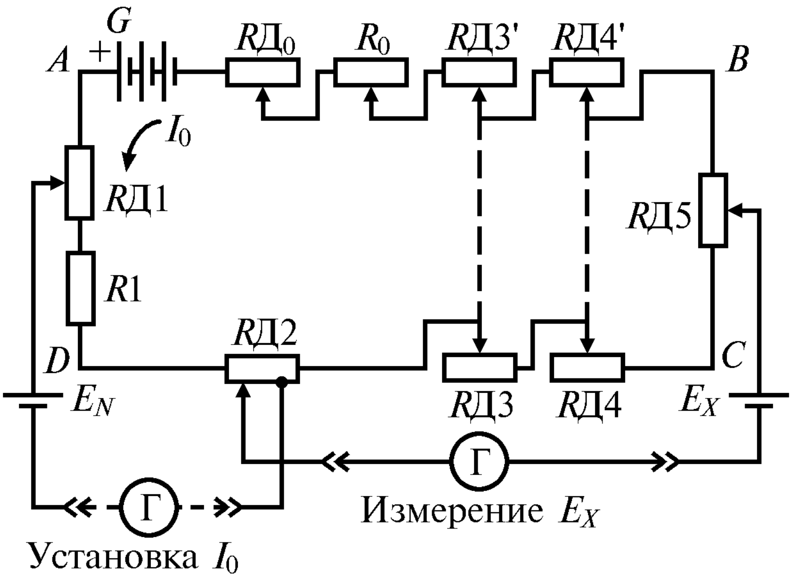



**Рис. 5.9. Упрощенная принципиальная схема потенциометра постоянного тока**

Сдвоенные декады $R$Д3–$R$Д3′, $R$Д4–$R$Д4′ изготовлены так, что если сопротивление декады $R$Д3 уменьшается, то сопротивление $R$Д3′ возрастает на ту же величину. В результате сопротивление цепи рабочего тока и, следовательно, сила рабочего тока остаются неизменными, но потенциалы точек $A$ и $B$ (движки декад $R$Д2 и $R$Д5) изменяются. Сказанное полностью относится и к декадам $R$Д4–$R$Д4′.

В момент достижения равновесия потенциометра (при отсутствии тока через нуль-гальванометр) ответвления рабочего тока в боковые цепи не происходит. Приведенная на рис. 5.9 схема потенциометра позволяет отсчитывать четыре значащих цифры $E_X$ (или $E_N$, если гальванометр переключить в цепь нормального элемента). Число значащих цифр определяется числом декад, входящих в цепь рабочего тока. В данном случае это декады $R$Д2, $R$Д3–$R$Д3′, $R$Д4–$R$Д4′, $R$Д5. Включив в цепь рабочего тока еще две спаренные декады, можно увеличить число отсчитываемых знаков ЭДС до пяти.

О возможностях потенциометров можно судить по следующему примеру. Низкоомный потенциометр постоянного тока ППТН-1, позволяющий измерять напряжения или ЭДС менее 20 мВ, имеет абсолютную погрешность не хуже

$$\Delta U = \pm\left(150U + 2U_{\max}\right)\cdot 10^{-6}, \text{ В}, \qquad (5.25)$$

где $U$ – показания потенциометра, В; $U_{\max}$ – верхний предел измерений, В. Максимальная погрешность на верхнем пределе не превосходит $3{,}06\cdot10^{-6}$ В. Компенсирующее напряжение этого потенциометра изменяется ступенями через 0,1 мкВ.

При измерениях малых ЭДС или падений напряжения компенсационным методом нередко возникают погрешности, связанные с действием паразитных термоЭДС, действующих на различных участках схемы. Для уменьшения их влияния повторяют измерения несколько раз, изменяя знак

$E_X$ или $U_X$ и полярность источника питания. Так как знак термоЭДС при этом не изменяется, то

$$E'_X = E_X + E_T;\ E''_X = E_X - E_T;\ E_X = 0{,}5\left(E'_X + E''_X\right).$$

Здесь $E'_X$, $E''_X$ – результаты первого и второго измерений, $E_T$ – паразитная термоЭДС.

*Измерение электрического сопротивления компенсационным методом* сводится к компенсационному измерению падений напряжения на образцовом резисторе $R_N$ и исследуемом образце $R_X$, по которым протекает один и тот же ток $I$ (рис. 5.10). Поочередно подключая $R_X$ и $R_N$ к потенциометру вместо $E_X$ (см. рис. 5.8 и 5.9), находят на них падение напряжения

$$U_{R_X} = IR_X,\quad U_{R_N} = IR_N,$$

откуда

$$R_X = R_N \frac{U_{R_X}}{U_{R_N}}. \tag{5.26}$$

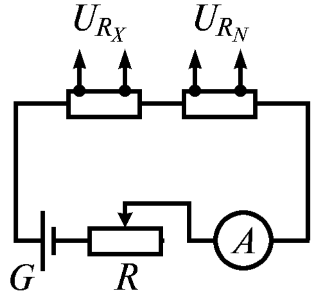



**Рис. 5.10. Схема соединения образца $R_X$ и эталонного резистора $R_N$ для измерения $R_X$ компенсационным методом**

Так как в момент равновесия ток в измерительной цепи не протекает, то сопротивление проводов, соединяющих $R_X$ или $R_N$ с потенциометром, не влияет на результат измерений. Это обеспечивает повышение точности измерения малых сопротивлений и позволяет значительно удлинить провода, что бывает необходимо в случаях измерений при температурах, отличающихся от комнатной.

### 5.1.4. Измерения электрического сопротивления бесконтактными методами

*Метод трансформатора* применяется, если нельзя изготовить обычный образец в виде проволоки, ленты или тонкого стержня и воспользоваться вышеописанными методами. В таких случаях образец 1, имеющий форму кольца (рис. 5.11), является короткозамкнутой вторичной обмоткой трансформатора с разъемным сердечником 2, первичная обмотка которого $W$, намотанная на средний стержень сердечника, включена в сеть переменного тока.

Распределение магнитного потока $\Phi$, возникающего в среднем стержне, между крайними стержнями сердечника зависит от величины нагрузки вторичных обмоток (образца 1 и $W_1$) и , следовательно, может регулироваться путем изменения сопротивления магазина резисторов $R_\text{м}$, подключенного к $W_1$.

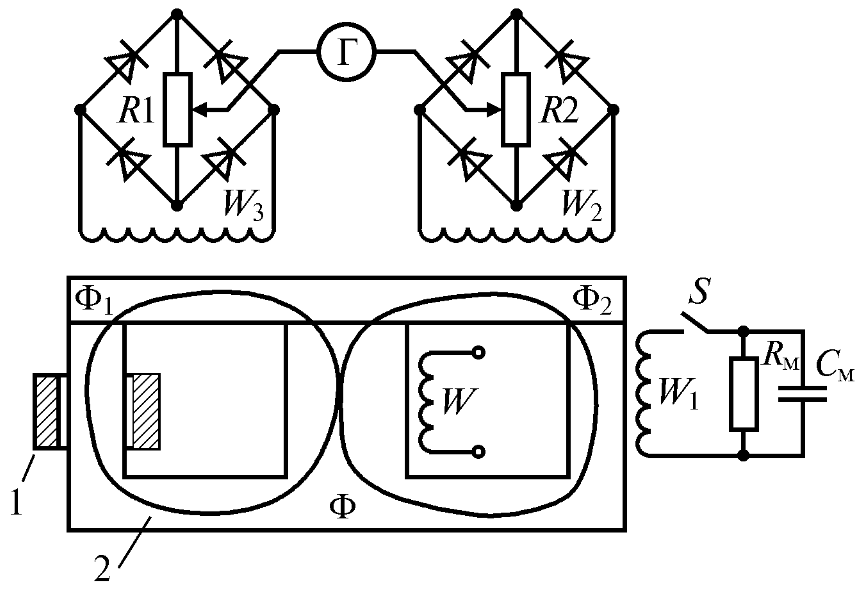



**Рис. 5.11. Принципиальная схема установки для измерения сопротивления методом трансформатора: 1 – образец, 2 – сердечник трансформатора**

Измерение сопротивления образца сводится к уравновешиванию магнитных потоков $Ф_1$ и $Ф_2$ в крайних стержнях сердечника. Измерение потоков осуществляется с помощью катушек $W_2$ и $W_3$: равные потоки наводят равные ЭДС в идентичных катушках, этому соответствует нулевое показание гальванометра Г.

Для компенсации возможной несимметричности схемы при отсутствии образца и разомкнутой цепи катушки $W_1$ нуль-гальванометр подключен к движкам переменных резисторов $R1$ и $R2$.

Если поток $Ф_1$ наводит в образце ЭДС $E_0$, то ток, протекающий по образцу

$$I_0 = \frac{E_0}{R_0} = \frac{4kfФ_1W_0}{R_0}. \qquad (5.27)$$

Здесь $k$ – коэффициент формы кривой напряжения; $f$ – частота тока; $W_0$ – число витков, образованных образцом (обычно $W_0 = 1$); $R_0$ – сопротивление образца.

Число ампер-витков образца

$$A_0 = I_0W_0 = \frac{4kfФ_1W_0^2}{R_0}. \qquad (5.28)$$

Ампер-витки катушки

$$A_к = I_кW_1 = \frac{4kfФ_2W_1^2}{R_к}. \qquad (5.29)$$

При равенстве потоков $Ф_1 = Ф_2$ ампер-витки также должны быть равны, поэтому из уравнений (5.28) и (5.29) следует

$$\frac{W_0^2}{R_0} = \frac{W_1^2}{R_к} \quad \text{или} \quad R_0 = R_к\frac{W_0^2}{W_1^2}. \qquad (5.30)$$

Если $W_0 = 1$, то

$$R_0 = \frac{R_к}{W_1^2}. \qquad (5.31)$$

Порядок измерений:

1. Добиваются нулевого показания гальванометра с помощью резисторов $R1$ и $R2$ без образца и при разомкнутой цепи катушки $W_1$.

2. Устанавливают вместо образца эталон с точно известным сопротивлением $R_э$ и, замкнув цепь катушки $W_1$, добиваются нулевого показания гальванометра. Для этой цели сопротивление магазина $R_м$ устанавливают таким, чтобы $R_к + R_м = R_э$, а затем с помощью магазина емкостей $C_м$ компенсируют сдвиг фаз.

3. Удалив эталон, устанавливают образец и снова добиваются нулевого показания гальванометра, изменяя только сопротивление магазина резисторов.

*Метод вихревых токов* позволяет оценивать удельное электросопротивление образцов произвольной формы и неограниченно больших размеров.

С помощью катушки возбуждения, соединенной с источником переменного напряжения, в образце наводится переменный (вихревой) ток. Величина и распределение вихревых токов по сечению испытуемого образца или иного объекта зависит от его электрической проводимости, магнитной проницаемости, формы, размеров и от формы катушки. Регистрация и измерение вихревых токов может производиться либо с помощью второй катушки, соединенной с измерительным устройством, либо по изменению полного электросопротивления (импеданса) катушки возбуждения при приближении ее к исследуемому объекту. Чаще используют плоскую накладную катушку.

Прибор градуируют по образцам с известным сопротивлением. Основные области применения метода – дефектоскопия и сортировка сталей и сплавов.

## 5.2. Электрическое сопротивление металлических сплавов

### 5.2.1. Электросопротивление твердых растворов

*Однородные растворы.* При образовании твердых растворов электрическое сопротивление возрастает независимо от того, бóльшим или меньшим сопротивлением обладает растворяемый элемент по сравнению с растворителем. Это обусловлено искажением кристаллической решетки, происходящим при образовании твердого раствора независимо от соотношений сопротивлений компонентов. Кроме того, возрастание электросопротивления может быть вызвано химическим взаимодействием компонентов.

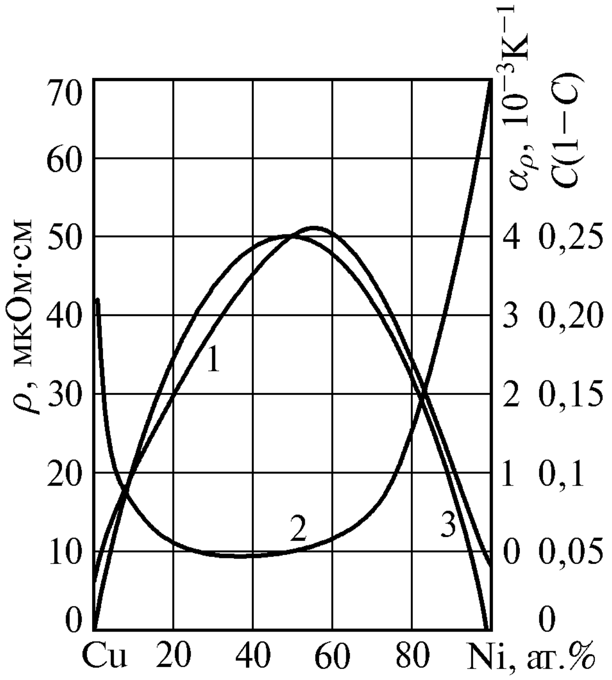



**Рис. 5.12. Удельное электрическое сопротивление сплавов Cu–Ni (1), температурный коэффициент электросопротивления $\alpha_\rho$ (2) и функция *С*(1–*С*) (3), где *С* – атомная доля никеля**

В сплавах с непрерывным рядом твердых растворов наблюдается максимум электрического сопротивления при концентрации, близкой к 50 ат.% (рис. 5.12).

Максимум электросопротивления растворов ферромагнетиков и парамагнетиков с высокой магнитной восприимчивостью может наблюдаться при иной концентрации. Максимальное электрическое сопротивление может в несколько раз превосходить электросопротивление сплавляемых металлов. Концентрационная зависимость электрического сопротивления таких сплавов приближенно описывается соотношением *С*(1–*С*), где *С* – атомная доля одного из компонентов (см. рис. 5.12). Масштаб по ординате при построении кривой *С*(1–*С*) выбран с таким расчетом, чтобы экстремумы концентрационных зависимостей $\rho$ и *С*(1–*С*) находились на одном уровне.

Температурный коэффициент удельного электрического сопротивления твердого раствора ($\alpha_\rho$) меньше, чем основного компонента. Электросопротивление раствора невысокой концентрации определяется приближенным правилом Матиссена–Флеминга

$$\rho = \rho_{\text{осн}} + c\rho_{\text{доб}}, \tag{5.32}$$

где $\rho_{\text{осн}}$ – электрическое сопротивление основного компонента, убывающее при снижении температуры; $\rho_{\text{доб}}$ – добавочное электросопротивление, возникающее при растворении одного атомного процента примеси; *с*– содержание примеси в атомных процентах.

Произведение $c\rho_{\text{доб}}$ называют остаточным электрическим сопротивлением. Добавочное электросопротивление от температуры не зависит, поэтому для твердого раствора

$$\alpha_{\rho_t} = \frac{d\rho}{dt}\cdot\frac{1}{\rho_t} = \frac{d\rho_{\text{осн}}}{dt}\cdot\frac{1}{\rho_t}. \tag{5.33}$$

Для основного металла

$$\alpha_{\rho_{\text{осн}}} = \frac{d\rho_{\text{осн}}}{dt} \cdot \frac{1}{\rho_{\text{осн}_t}}. \qquad (5.34)$$

Так как $\rho_t > \rho_{\text{осн}_t}$, то $\alpha_{\rho_t} < \alpha_{\text{осн}}$.

На многих сплавах наблюдается отклонение от соотношения (5.32), заключающееся в зависимости добавочного сопротивления от температуры. В таком случае выражение (5.32) приобретает вид

$$\rho = \rho_{\text{осн}} + c\rho_{\text{доб}} + \Delta, \qquad (5.35)$$

где $\Delta$ – отклонение от правила Матиссена–Флеминга, увеличивающееся с повышением концентрации и зависящее от температуры.

Известен ряд других закономерностей, определяющих сопротивление твердых растворов. Например, добавочное сопротивление возрастает пропорционально квадрату разности валентностей компонентов; сопротивление раствора уменьшается при всестороннем сжатии и увеличивается в результате пластической деформации. Повышение сопротивления при пластической деформации гораздо больше, чем при деформировании чистых металлов. Так, например, повышение электросопротивления $\alpha$-латуни с 28 % цинка в результате пластического деформирования достигает 20 %. Считается, что это обусловлено не только искажениями решетки, но и изменением сил межатомного взаимодействия.

*Упорядоченные растворы.* Упорядочение твердого раствора сопровождается уменьшением его электрического сопротивления (рис. 5.13). Это обусловлено повышением правильности, симметричности электрического поля кристаллической решетки. Максимальное упорядочение и соответствующее ему наибольшее снижение удельного электрического сопротивления наблюдается в сплавах с определенным стехиометрическим соотношением компонентов. В системе Cu–Au это наблюдается при составах $Cu_3Au$ и CuAu.

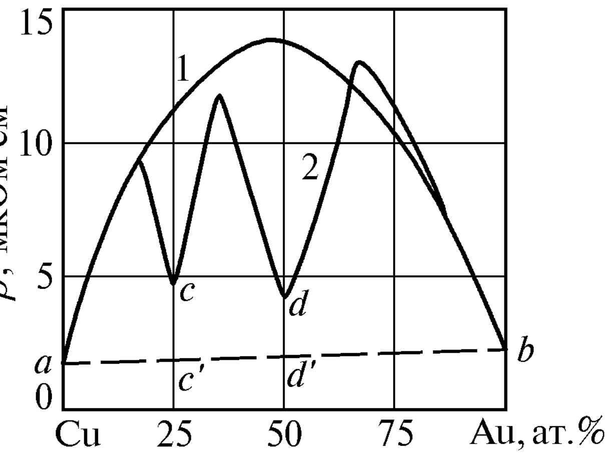



**Рис. 5.13. Влияние упорядочения на удельное электрическое сопротивление сплавов Cu–Au: 1 – закаленные неупорядоченные сплавы; 2 – отожженные упорядоченные сплавы**

Даже при наибольшей достижимой степени атомного порядка минимальные значения сопротивления (точки *c* и *d* на рис. 5.13) лежат выше прямой *ab*, соединяющей сопротивления компонентов. Отрезки *cc′* и *dd′* характеризуют величину остаточного электрического сопротивления, обусловленного усиле-

нием химического взаимодействия компонентов при упорядочении и неполнотой последнего.

Очень высокой чувствительностью при исследовании упорядочивающихся сплавов обладает метод, основанный на магниторезистивном эффекте Томсона–Гольдгаммера. Этот эффект заключается в увеличении электросопротивления проводника, помещенного в поперечное магнитное поле высокой напряженности. Например, для сплава $Cu_3Au$ в поперечном поле около $10^6$ А/м $\Delta R/R$ ($\Delta R$ – изменение электросопротивления при наложении поля) в упорядоченном состоянии в 50 раз больше, чем в неупорядоченном. Удельное электрическое сопротивление при переходе беспорядок-порядок уменьшается всего в два-три раза.

Пластическая деформация весьма существенно – на десятки процентов – повышает электрическое сопротивление упорядоченных сплавов. Это обусловлено разрушением упорядоченной структуры процессами скольжения.

*Неоднородные растворы.* Электрическое сопротивление некоторых однофазных сплавов, содержащих переходные металлы, уменьшается при пластической деформации (сплавы Mn–Cu, Fe–Al, Ni–Cr, Ni–Cu и другие), а последующий отжиг приводит к повышению сопротивления (рис. 5.14).

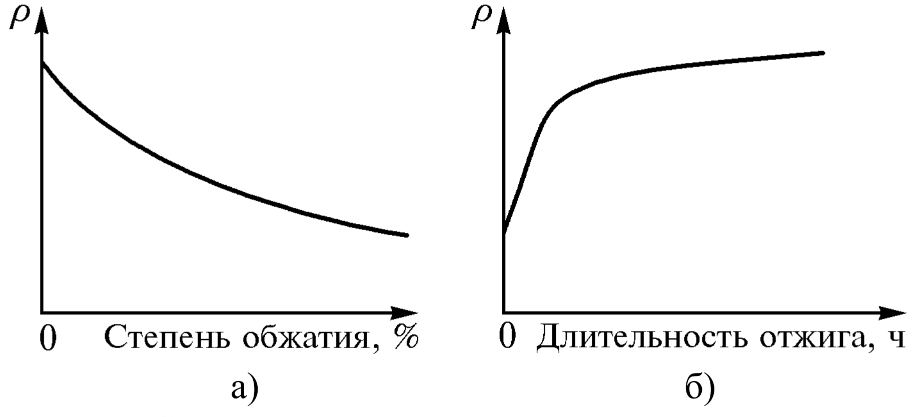



**Рис. 5.14. Схема изменения удельного электросопротивления нихрома (80% Ni, 20% Cr) при пластической деформации (а) и последующем отжиге (б)**

Это связано с существованием в таких сплавах субмикроскопических неоднородностей твердого раствора, разрушаемых пластической деформацией и восстанавливаемых отжигом. Такая субструктурная неоднородность получила название К-состояния.

Правило $C(1-C)$ для избыточного сопротивления (сверх сопротивления чистого компонента) применимо только к однородным растворам. Для многих твердых растворов это правило не выполняется и их избыточное электросопротивление $\Delta\rho$ подчиняется соотношению

$$\frac{\Delta\rho}{C} = \xi(1 - \lambda \cdot C/100), \qquad (5.36)$$

где $\Delta\rho$ – увеличение электросопротивления при образовании раствора концентрации *C*; $\xi = \lim(\Delta\rho/C)_{C\to 0}$; $\lambda$ – коэффициент, характеризующий отклонение от правила *C*(1–*C*).

При $\lambda = 1$ выполняется правило *C*(1–*C*). Если $\lambda < 1$, то $\Delta\rho$ больше, чем для однородного раствора. Вероятно, это соответствует установлению ближнего порядка. В случае совершенного ближнего порядка каждый атом окружен атомами другого сорта. Если же $\lambda > 1$, то $\Delta\rho$ меньше, чем для однородного раствора. Это может быть обусловлено как ближним упорядочением, так и образованием кластеров – субмикроскопических скоплений атомов одного сорта (К-состояние). В этом случае невозможно однозначно установить причину отклонения от правила *C*(1–*C*) только путем измерения электрического сопротивления.

Неоднородное распределение компонентов в твердом растворе устанавливается при температурах ниже некоторого критического значения (в сплаве Х20Н80 – ниже 800 °С). Кластеры возникают даже при охлаждении в воде от температур однородного состояния твердого раствора.

Различные изменения электрического сопротивления наблюдаются при деформировании сплавов на основе $Ni_3Fe$, легированных молибденом (рис. 5.15).

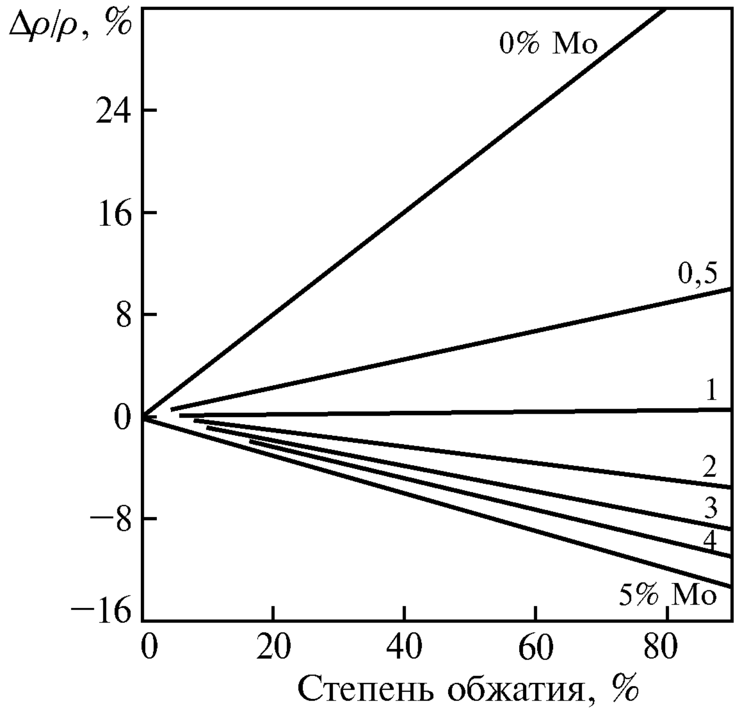



**Рис. 5.15. Влияние пластической деформации на удельное электрическое сопротивление предварительно отожженных сплавов Ni–Fe**

Сплав, содержащий 1 % Мо, не изменяет электросопротивления в результате пластической деформации. Значительное повышение электрического сопротивления при деформировании сплава без молибдена свидетельствует о разрушении упорядоченного состояния. Снижение электросопротивления в результате деформирования сплавов с содержанием молибдена более одного процента обусловлено разрушением субмикроскопических сегрегаций (кластеров). Из рис. 5.15 следует,

что с увеличением содержания молибдена в сплаве $Ni_3Fe$ происходит постепенный переход от упорядочения к формированию кластеров при отжиге. В сплаве с одним процентом молибдена происходит взаимная компенсация процессов, противоположно влияющих на электрическое сопротивление.

Сопротивление пластически деформированных сплавов без молибдена и с пятью процентами молибдена при нагреве изменяется противоположным образом (рис. 5.16). В первом случае (рис. 5.16,а) сопротивление снижается при нагреве до 400 °С, так как происходит восстановление упорядоченного состояния, разрушенного деформацией. При более высоких температурах упорядоченное состояние термически разрушается и электросопротивление снова возрастает.

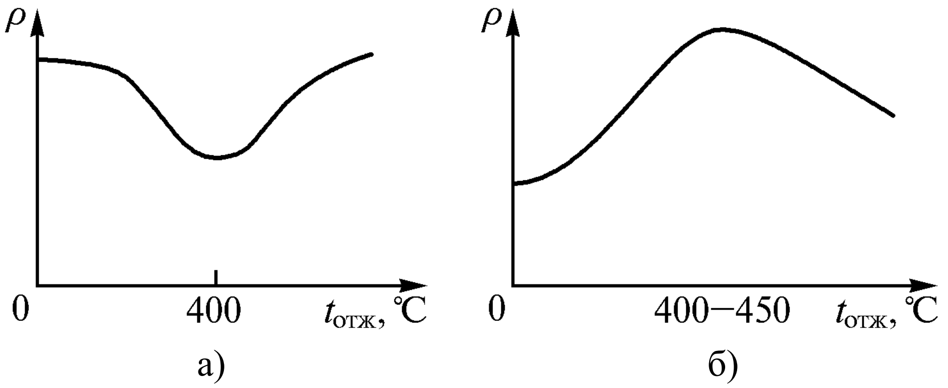



**Рис. 5.16. Схема изменения электрического сопротивления при отжиге деформированных сплавов на основе $Ni_3Fe$ без молибдена (а) и с 5 % молибдена (б)**

В сплаве с молибденом (рис.5.16,б) нагрев до 400...450 °С восстанавливает неоднородное распределение атомов в твердом растворе, что приводит к повышению сопротивления. При нагреве выше указанной температуры происходит термическое разрушение кластеров и электрическое сопротивление снижается.

### 5.2.2. Электросопротивление интерметаллических соединений и промежуточных фаз

При образовании интерметаллических соединений происходит изменение характера межатомного взаимодействия – появляется ковалентная составляющая связи, в результате чего доля металлической связи уменьшается и электрическое сопротивление существенно возрастает. Встречаются отклонения от этого правила. Например, удельное электросопротивление фазы $Al_3Ti$ вдвое меньше (а не больше) сопротивления титана. Для интеметаллидов с узкой областью гомогенности, обладающих высокими значениями $\rho$, характерно резкое уменьшение электрического сопротив-

ления даже при небольшом отклонении химического состава от стехиометрического соотношения.

При образовании интерметаллических соединений возможно изменение типа электрической проводимости. Например, соединение $Al_3Mn$ является электронным полупроводником. Полупроводниковую проводимость имеют многие фазы, образованные при взаимодействии металлов с неметаллами. В то же время нитриды, бориды и карбиды, как правило, сохраняют металлическую проводимость.

### 5.2.3. Электрическое сопротивление гетерогенных сплавов

Удельное электрическое сопротивление – структурно-чувствительная характеристика. Поэтому электросопротивление гетерогенных сплавов зависит не только от их химического состава, объемной доли второй фазы (или фаз) и удельных сопротивлений фаз, но и от структуры. При прочих равных условиях электрическое сопротивление зависит от величины, формы и характера распределения фаз в основном твердом растворе, от размера зерна, от плотности дефектов кристаллического строения. Электросопротивление зависит от текстуры только в сплавах, текстурованная фаза или фазы которых не относятся к кубической сингонии.

В некоторых случаях электросопротивление гетерогенного сплава может быть приближенно рассчитано. Так, если отожженный сплав, не имеющий текстуры, состоит из крупных, приблизительно равноосных кристаллов двух фаз, мало различающихся по проводимости $(\sigma_1/\sigma_2 = 0{,}75...1{,}75)$, то удельное электрическое сопротивление сплава

$$\rho = \rho_1^{q_1} \cdot \rho_2^{q_2}. \qquad (5.37)$$

Здесь $\rho_1$ и $\rho_2$ – удельные сопротивления фаз, а $q_1$ и $q_2$ – их объемные доли $(q_1 + q_2 = 1)$. Эта зависимость выражается кривой, слегка выпуклой в сторону оси концентрации (рис. 5.17). Зависимость электросопротивления сплава от концентрации, выраженной в процентах по массе, практически линейна.

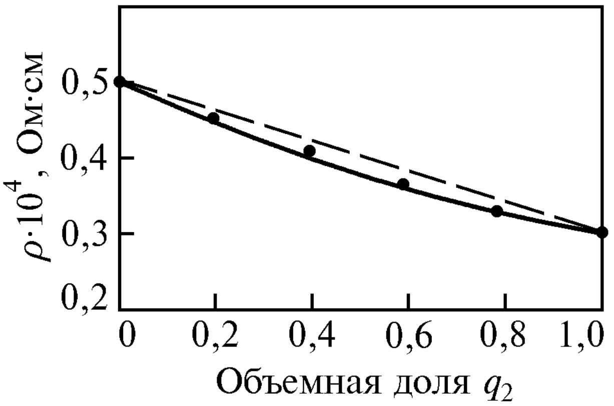



**Рис. 5.17. Влияние объемной доли фаз на удельное электрическое сопротивление сплавов согласно соотношению (5.37)**

Неоднократно предпринимались попытки более строгих расче-

тов, учитывающих особенности микроструктуры. Двухфазные сплавы, содержащие приблизительно равноосные зерна второй фазы, могут иметь матричную или статистическую структуру (рис 5.18).

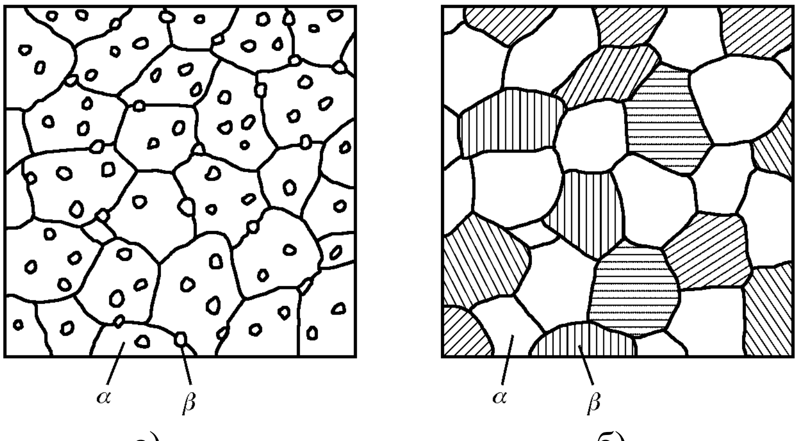



**Рис. 5.18. Схемы матричной (а) и статистической (б) микроструктур**

Удельная электропроводность сплава с матричной структурой

$$\sigma = \sigma_0 \left[ 1 + \frac{C_1}{(1 - C_1)/3 + \sigma_0/(\sigma_1 - \sigma_0)} \right]. \qquad (5.38,а)$$

Учитывая, что $\sigma = 1/\rho$, получаем

$$\rho = \rho_0 \left[ \frac{2\rho_1 + \rho_0 + C_1(\rho_1 - \rho_0)}{2\rho_1 + \rho_0 - 2C_1(\rho_1 - \rho_0)} \right]. \qquad (5.38,б)$$

Здесь индексы «0» и «1» относятся к матрице ($\alpha$-фаза) и включениям $\beta$-фазы соответственно, $C_1$ – объемная доля $\beta$-фазы. Проводимость сплава со статистической структурой

$$\sigma = \frac{(3C_1 - 1)\sigma_1 + (3C_2 - 1)\sigma_2}{4} + \left( \frac{[(3C_1 - 1)\sigma_1 + (3C_2 - 1)\sigma_2]^2}{16} + \frac{\sigma_1\sigma_2}{2} \right)^{0,5}, \quad (5.39)$$

где $C_1$, $C_2$ – объемное содержание, а $\sigma_1$, $\sigma_2$ – проводимости первой ($\alpha$) и второй ($\beta$) фазы соответственно.

Сопротивление пластинчатых структур, например, перлита, зависит от ориентации пластин. Удельное электросопротивление цементита гораздо больше, чем феррита. Поэтому электрическое сопротивление стали зависит от ориентации пластин цементита в перлите и должно быть наименьшим, если карбидные пластины расположены параллельно направлению тока. В этом случае

$$\sigma = \sigma_1 C_1 + \sigma_2 C_2 \quad \text{или} \quad \rho = \frac{\rho_1 \cdot \rho_2}{C_1\rho_2 + C_2\rho_1}. \qquad (5.40)$$

Если пластинки строго перпендикулярны направлению тока, то

$$\rho = \rho_1 C_1 + \rho_2 C_2 . \tag{5.41}$$

В качестве примера рассчитаем удельное электрическое сопротивление эвтектоидной стали при продольном и поперечном расположении всех пластинок цементита, считая, что удельное электросопротивление феррита $\rho_1$ = 10,5 мкОм·см, а карбидов $\rho_2$ = 140 мкОм·см. Объемные доли феррита и карбидов соответственно составляют 0,88 и 0,12. Тогда электрическое сопротивление стали при продольном расположении пластинок цементита составит 16,81, а при поперечном – 26,04 мкОм·см.

Вследствие высокой структурной чувствительности удельного электросопротивления вышеприведенные формулы (5.37)–(5.41) следует рассматривать лишь как некоторое приближение к реальности. Расчет электрического сопротивления эвтектоидной стали со структурой зернистого перлита по уравнению (5.38,б) дает значение $\rho$ = 12,38 мкОм·см, что хорошо согласуется с кривой 2 на рис. 5.19.

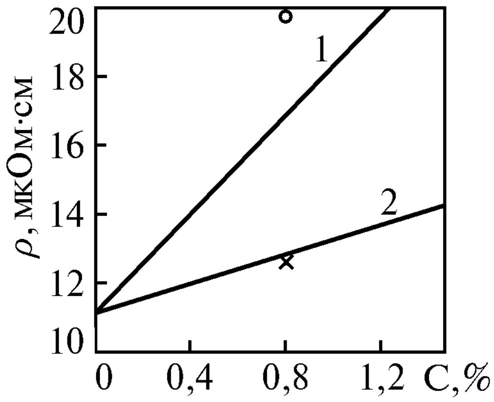



**Рис. 5.19. Удельное электрическое сопротивление стали с пластинчатой (1) и зернистой (2) формой карбидов. Расчетные значения:**
**× – по уравнению (5.38,б),**
**○ – среднее значение расчетов по уравнениям (5.40) и (5.41)**

С другой стороны, среднее значение результатов расчета электросопротивления по уравнениям (5.40) и (5.41), равное 18,92 мкОм·см, которое, казалось бы, должно приблизительно соответствовать структуре пластинчатого перлита, не имеющего преимущественной ориентировки карбидных пластин, оказывается значительно выше соответствующей ему прямой (рис. 5.19).

Пластическая деформация гетерогенных сплавов вызывает изменение их электрического сопротивления под действием двух факторов. Повышение плотности дефектов кристаллического строения увеличивает электросопротивление, а изменение характера относительного расположения фаз может приводить к его снижению. Последнее объясняет спад электрического сопротивления при сравнительно небольших – до 20 % – обжатиях стали с 0,3 % углерода (рис. 5.20).

**Рис. 5.20. Изменение удельного электрического сопротивления стали, содержащей 0,3% углерода, при пластической деформации**

Дальнейшая деформация вызывает повышение электрического сопротивления относительно достигнутого минимума, что обусловлено искажением структуры ферритной матрицы.

## 5.3. Применение резистометрии в металлофизических исследованиях

*Контроль чистоты металла.* Остаточное сопротивление отожженного металла определяется, в основном, содержанием примесей. Поэтому, измеряя электрическое сопротивление при комнатной температуре и вблизи 0 К, можно оценить степень чистоты материала по отношению полного и остаточного электрических сопротивлений. Измерения принято проводить при 300 и 4,2 К. Критерием чистоты металла в этом случае служит отношение $R_{300}/R_{4,2}$ . Это отношение резко зависит от содержания примесей в области малых концентраций (рис. 5.21). Величина вышеуказанного отношения изменяется в широких пределах для различных металлов и примесей и при малом содержании последних может достигать $10^5$.

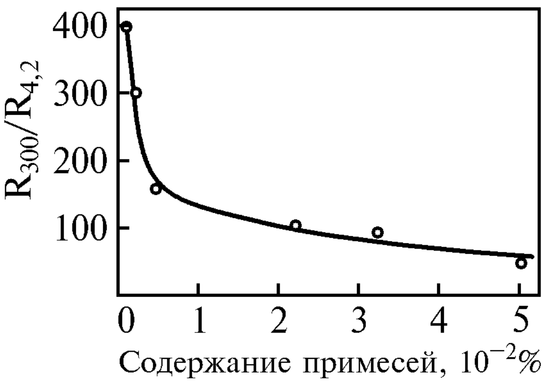



**Рис. 5.21. Влияние суммарного содержания примесей внедрения углерода, азота и кислорода в железе на отношение R300/R4,2**

*Построение диаграмм состояний.* Закономерные изменения электрического сопротивления с концентрацией твердых растворов при образовании интерметаллических соединений и промежуточных фаз, а также в области гетерогенных структур означают, что должна существовать определенная связь между диаграммой состояний системы и концентрационной зависимостью удельного электрического сопротивления (рис. 5.22).

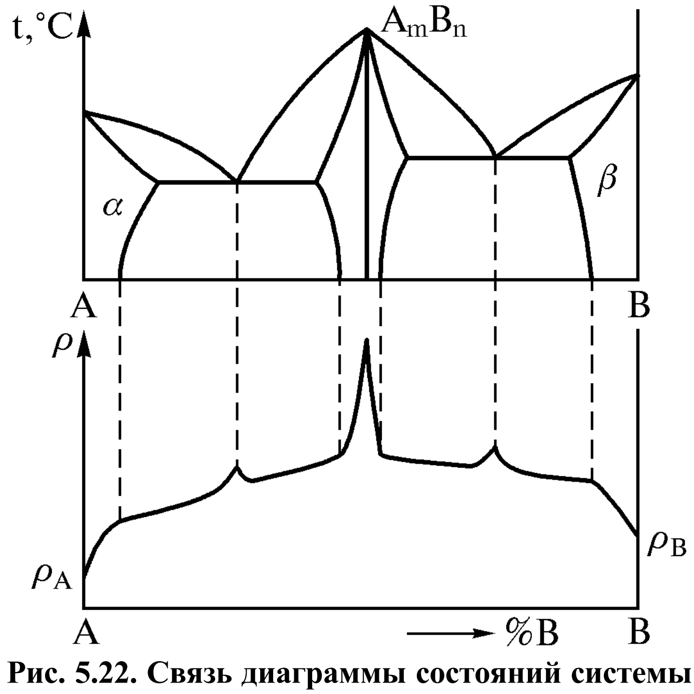



**Рис. 5.22. Связь диаграммы состояний системы А–В и концентрационная зависимость удельного электрического сопротивления (схема)**

Структурная чувствительность удельного электросопро-

тивления может так или иначе усложнять эту связь. В примере, приведенном на рис. 5.22, эвтектическим концентрациям соответствуют небольшие пики сопротивления, что обусловлено высокой дисперсностью эвтектических композиций.

Вышеуказанная связь позволяет использовать метод резистометрии для построения диаграмм состояний. В качестве примера рассмотрим построение линии ограниченной растворимости.

Пусть в системе А–В на основе компонента А образуется ограниченный твердый α-раствор. Если пересыщенный $\alpha$-раствор устойчив при комнатной температуре, удобно применить метод закалок, позволяющий измерять электрическое сопротивление закаленных образцов в обычных условиях.

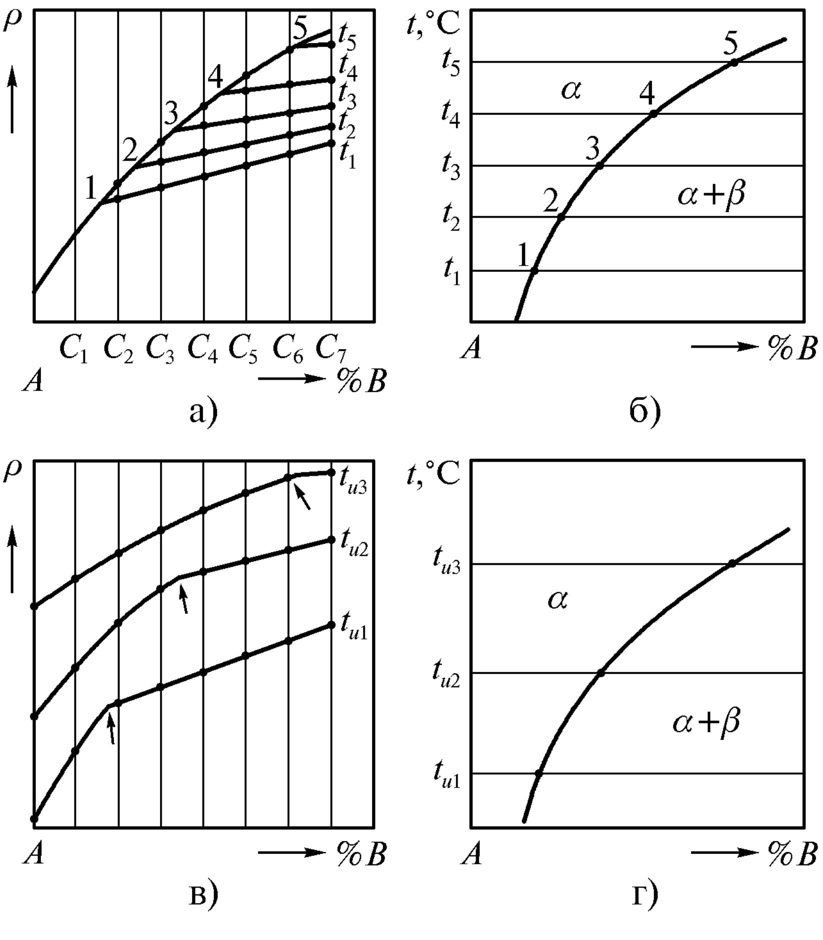



**Рис. 5.23. Определение границы растворимости путем измерения сопротивления: а, б – метод закалок: а – концентрационная зависимость электросопротивления при комнатной температуре образцов, закаленных от температур $t_1 < \ldots < t_5$; б – граница растворимости; в, г – измерения сопротивления при повышенных температурах $t_{и1} < t_{и2} < t_{и3}$; в – концентрационная зависимость сопротивления при температурах $t_{и1}$, $t_{и2}$, $t_{и3}$; г – граница растворимости**

Выплавляют несколько сплавов с возрастающим от сплава к сплаву содержанием компонента В. Образцы каждого сплава закаливают от различных температур и измеряют электросопротивление при комнатной температуре. Полученные результаты представляют в форме зависимости электрического сопротивления от концентрации для каждой температуры закалки (рис. 5.23,а).

Зависимость $\rho$(%В) для каждой температуры состоит из двух частей – криволинейной, соответствующей однофазному $\alpha$-состоянию, и практически линейной, отвечающей двухфазной $\alpha+\beta$ области. Изло-

мы кривых, отмеченные цифрами 1...5 на рис. 5.23,а, соответствуют границам растворимости при температурах $t_1...t_5$. Значения температуры закалки $t_1...t_5$ и концентрации $B_1...B_5$, соответствующие точкам излома, переносят в координаты «*t*, °С – % В» и соединяют плавной кривой (рис. 5.23,б), которая и является границей растворимости.

Если пересыщенный $\alpha$-раствор неустойчив и распадается при комнатной температуре, то измерения электросопротивления необходимо проводить при повышенных температурах, например $t_{u1}$, $t_{u2}$, $t_{u3}$ (рис. 5.23,в). В этом случае также будет получена серия кривых $\rho(B)$ с изломами, соответствующими границе растворимости, но криволинейные участки их уже не будут налагаться один на другой. Кривая для каждой следующей, более высокой, температуры будет располагаться выше предыдущей, так как с повышением температуры измерений электрическое сопротивление возрастает. Перенеся точки излома, отмеченные стрелками на рис. 5.23,в, в координаты «*t*, °С – % В», получим границу растворимости В в А (рис. 5.23,г).

*Изучение распада пересыщенных твердых растворов.* Распад пересыщенного твердого раствора вызывает, как правило, снижение электрического сопротивления, что обусловлено снижением концентрации раствора. Снижение сопротивления наблюдается при отпуске закаленных сталей, при искусственном старении алюминиевых сплавов (рис. 5.24) и во многих других случаях.

**Рис. 5.24. Зависимость удельного электрического сопротивления сплава АМг8 от длительности старения при 150 °С**

Однако при старении некоторых сплавов наблюдается повышение электрического сопротивления, которое может вызываться различными причинами. При естественном старении закаленных сплавов алюминий–медь повышение электросопротивления обусловлено возникновением зон Гинье–Престона, представляющих собой субмикроскопические скопления в матрице атомов растворенной меди. Возможно возрастание электрического сопротивления при старении высоколегированных сталей вследствие выделения фазы с высоким удельным электрическим сопротивлением, например, карбидов. С увеличением степени распада и, следовательно, при более существенном обеднении твердого раствора, электросопротивление должно снижаться.

*Изучение фазовых превращений и структурных изменений при термической обработке сталей и других сплавов.* Высокая структурная чувствительность удельного электрического сопротивления позволяет исполь-

зовать метод резистометрии для исследования почти любых структурных изменений металлических сплавов.

Наиболее значительные изменения электрического сопротивления сталей происходят при образовании мартенсита и его распаде при отпуске. Электрическое сопротивление мартенсита выше, чем любой другой структуры стали. Существенные изменения электросопротивления наблюдаются и при распаде переохлажденного аустенита с образованием различных структур.

Известны эмпирические уравнения, позволяющие рассчитывать удельное электрическое сопротивление стали в зависимости от ее химического состава при структуре определенного типа. Вследствие структурной чувствительности электрического сопротивления эти соотношения являются приближенными в той или иной степени. Некоторые расчетные формулы содержат принципиальные ошибки. Так, например, удельное электросопротивление отожженной стали, содержащей до 0,9 % углерода, при 20 °С предложено рассчитывать по формуле

$$\rho_{\text{отж}} = 10{,}5 + 3p + 2p^2. \qquad (5.42)$$

Удельное электрическое сопротивление стали (до 1 % С), закаленной от 850 °С,

$$\rho_{\text{зак}} = 10{,}3 + 1{,}6p + 12{,}6p^2, \qquad (5.43)$$

а стали, закаленной от 1100 °С,

$$\rho_{\text{зак}} = 10{,}3 + 9{,}3p + 7{,}4p^2. \qquad (5.44)$$

В этих формулах $p$ – содержание углерода, % по массе; $\rho$ – в мкОм·см. Сопоставление формул (5.42) и (5.43) приводит к заключению, что при $p = 0$ электрическое сопротивление отожженного железа выше, чем закаленного от 850 °С, чего не должно быть. Электросопротивление железа, закаленного от 850 и 1100 °С не может быть одинаковым (формулы (5.43) и (5.44)). Закалка сталей от 850 °С при содержании углерода до ~0,3 % производится из области $\alpha + \gamma$, а сталей с бóльшим содержанием углерода – из $\gamma$-области. Это обстоятельство не отображается формулой (5.43).

Приведенные примеры показывают, что использование соотношений (5.42)–(5.44) и им подобных может приводить к серьезным ошибкам. Структурная чувствительность электрического сопротивления не позволяет, за редкими исключениями, использовать методы измерения электросопротивления для точного определения объемных долей фаз или структурных составляющих. Однако моменты начала и конца превращений могут быть установлены резистометрическими методами с достаточной точностью.

# 6. МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ВЕЩЕСТВ, ПАРАМЕТРЫ, МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИССЛЕДОВАНИЙ

По Я.И. Френкелю магнитные явления в веществах делят на две группы.

Слабомагнитные явления – диамагнетизм и парамагнетизм – развиваются только во внешнем магнитном поле (магнитно-неупорядоченные вещества).

Сильномагнитные явления, или кооперативный магнетизм – ферромагнетизм, антиферромагнетизм, ферримагнетизм – обусловлены, главным образом, внутренним взаимодействием электронов в веществе (магнитно-упорядоченные вещества).

## 6.1. Классификация веществ по магнитным свойствам

### 6.1.1. Основные магнитные параметры

Напряженность магнитного поля не является магнитным параметром вещества, но играет важную роль в магнитных явлениях. Ток $I$, протекающий по кольцу радиусом $r$, создает в центре его магнитное поле напряженностью

$$H = \frac{I}{2r}. \tag{6.1}$$

При $I = 1$ А, $2r = 1$ м, $H = 1$ А/м. Такое кольцо с током обладает *магнитным моментом*

$$P = \mu_0 IS, \tag{6.2}$$

где $\mu_0$ – магнитная постоянная, равная $4\pi 10^{-7}$ Н/А$^2$, или Гн/м; $S$ – площадь кольца; $[\mu_0] = LMT^{-2}I^{-2}$; $[P] = IL^2$. Единица измерения магнитного момента А·м$^2$ – момент плоского контура площадью 1 м$^2$, обтекаемого током 1 А, или момент контура, испытывающего в магнитном поле с индукцией 1 Тл (см. раздел 6.3.1) максимальный вращающий момент 1 Н·м.

Намагниченность $M$ характеризует магнитное состояние вещества, находящегося в магнитном поле, и представляет собой вектор магнитного момента единицы объема

$$\overline{M} = \frac{1}{V}\sum_V \overline{P_\text{а}}. \tag{6.3}$$

Здесь $V$ – объем; $P_\text{а}$ – атомный магнитный момент. Если $V = 1$ м$^3$, $P = 1$ А·м$^2$, то $M = 1$ А/м. Название единицы намагниченности совпадает с наименованием единицы напряженности магнитного поля. Размерность намагниченности совпадает с размерностью напряженности магнитного поля.

Намагниченность вещества пропорциональна напряженности магнитного поля.

$$M = \chi H. \quad (6.4)$$

Здесь $\chi$ – магнитная восприимчивость вещества. В системе СИ $\chi$ – безразмерная величина. Классификация веществ по магнитным свойствам основывается на знаке, величине $\chi$ и ее зависимости от напряженности магнитного поля и температуры.

### 6.1.2. Диамагнетики

Диамагнетиками называют вещества, слабо намагничивающиеся в магнитном поле. Для них $\chi < 0$ и мала по абсолютной величине ($10^{-6}...10^{-4}$). Вектор намагниченности диамагнетика всегда противоположен вектору $\overline{H}$, поэтому диамагнетики выталкиваются из неоднородного магнитного поля.

Диамагнетизмом обладают все вещества, не имеющие собственных (в отсутствии поля) атомных магнитных моментов. В магнитном поле происходит прецессия электронных орбит, обуславливающая появление дополнительного орбитального магнитного момента, ориентированного против вектора поля, что и вызывает появление диамагнитной восприимчивости. Из этого следует, что диамагнетизм присущ абсолютно всем веществам. Если тело не является диамагнетиком, то это означает, что его диамагнетизм маскируется более сильным магнитным явлением.

Всю совокупность диамагнетиков делят на три группы.

*Классические диамагнетики* – благородные газы, некоторые металлы (Cu, Zn, Ag, Au, Hg и другие), многие органические соединения. Магнитная восприимчивость их имеет нормальное малое абсолютное значение ($10^{-5}...10^{-6}$) и практически не зависит от температуры.

*Аномальные диамагнетики* – Bi, Sb, графит, $\gamma$-фазы систем Cu–Zn и другие. Атомная магнитная восприимчивость их в 10...100 раз больше, чем у классических диамагнетиков. Восприимчивость некоторых веществ – периодическая функция напряженности поля. Для всех аномальных диамагнетиков характерна сильная зависимость от температуры.

*Сверхпроводники*. Многие чистые металлы при температурах 10...1 К переходят в сверхпроводящее состояние, то есть полностью утрачивают электрическое сопротивление. Ток, протекающий по поверхности сверхпроводника, экранирует его внутренние объемы от влияния внешнего магнитного поля. В таком состоянии внутри сверхпроводника $B = H = 0$ и никакой диамагнитной восприимчивости не существует. Но с внешней точки зрения сверхпроводники обладают диамагнетизмом, обусловленным макроскопическими поверхностными токами. Соответствующая этому диамагнитная восприимчивость имеет максимальное по абсолютной величине значение $\chi = -1/4\pi$.

### 6.1.3. Парамагнетики

Тело парамагнитно, если его атомы (ионы) имеют собственные магнитные моменты. В отсутствие поля тепловое движение приводит к хаотической ориентации элементарных магнитных моментов, вследствие чего тело немагнитно. Внешнее магнитное поле преодолевает влияние теплового движения и атомные магнитные моменты ориентируются в одном направлении. Из сказанного очевидно, что восприимчивость парамагнетиков зависит от температуры (парамагнетизм решетки). Парамагнетики имеют малую положительную восприимчивость, слабо намагничиваются, втягиваются в неоднородное магнитное поле.

*Нормальные парамагнетики* – это вещества, парамагнетизм которых обусловлен результирующими магнитными моментами атомов. Это газы ($O_2$, NO), соли железа, кобальта, никеля, металлические Fe, Co, Ni при температурах выше точек Кюри. Магнитная восприимчивость газов и некоторых соединений подчиняется закону Кюри:

$$\chi = \frac{C}{T}, \tag{6.5}$$

где $C$ – постоянная Кюри , $T$ – абсолютная температура. Бóльшая часть нормальных парамагнетиков подчиняется закону Кюри–Вейса:

$$\chi = \frac{C}{T - \Delta}. \tag{6.6}$$

Здесь $\Delta$ – постоянная Вейса. Для парамагнетиков, становящихся при понижении температуры ферромагнетиками, $\Delta$ положительна. Если вещество при низких температурах переходит в антиферромагнитное состояние (см. ниже), $\Delta$, как правило, отрицательна. Для никеля в парамагнитном состоянии и ряда сплавов магнитная восприимчивость определяется соотношением

$$\chi = \chi_{\text{к}} + \frac{C}{T - \Delta}, \tag{6.7}$$

где $\chi_{\text{к}}$ – часть восприимчивости, не зависящая от температуры.

В сильных полях и при низких температурах намагниченность нормальных парамагнетиков приближается к насыщению, и наблюдаются криомагнитные аномалии.

*Вещества, парамагнетизм которых обусловлен свободными электронами*, характеризуются магнитной восприимчивостью, практически не зависящей от температуры. В эту группу веществ входят литий, натрий, калий, рубидий и цезий.

*Метамагнетики* – это вещества, магнитная восприимчивость которых существенно зависит от напряженности магнитного поля и аномально изменяется с температурой. Метамагнетиками являются хлориды некоторых

металлов ($FeCl_2$, $CoCl_2$) другие. При циклическом изменении величины и направления магнитного поля наблюдается явление гистерезиса, типичное для ферромагнетиков.

*Суперпарамагнетики* – это сплавы, состоящие из немагнитной парамагнитной или диамагнитной матрицы, в которой распределены мельчайшие – менее 10 нм – частицы или кластеры, обладающие ферромагнитными или ферримагнитными (см. ниже) свойствами, слабо взаимодействующие между собой. Суперпарамагнетики качественно сходны с нормальными парамагнетиками, подчиняются закону Кюри, но их восприимчивость и намагниченность могут быть во много раз больше.

Суперпарамагнитное состояние возникает, в частности, при распаде некоторых пересыщенных твердых растворов, протекающем с выделением частиц ферромагнитных металлов: кобальта в сплаве Cu+2 % Co, железа в $\beta$-латуни, содержащей около 0,1 % Fe и в других сплавах. В аустенитных метастабильных сталях состояние суперпарамагнетизма может возникнуть при образовании небольшого количества высокодисперсного мартенсита деформации.

### 6.1.4. Ферромагнетики

Ферромагнетики отличаются большими положительными значениями магнитной восприимчивости (до $10^6$), нелинейной и неоднозначной зависимостью восприимчивости и намагниченности от напряженности магнитного поля (явление магнитного гистерезиса). К ферромагнетикам относятся железо, кобальт, никель и гадолиний (последний ниже 18 °С), сплавы и соединения этих металлов, сплавы и соединения хрома и марганца с другими неферромагнитными элементами, а также некоторые редкоземельные металлы при температурах ниже 0 °С. Ферромагнетики очень существенно намагничиваются даже в слабых полях и сильно втягиваются в неоднородное магнитное поле. Магнитные свойства ферромагнетиков связаны с существованием доме́нной структуры (см. раздел 6.4.1). Ферромагнитные тела состоят из областей, самопроизвольно намагниченных до насыщения, называемых доменами. Векторы намагниченности доменов ориентированы так, что в окружающем пространстве их намагниченность не обнаруживается в отсутствие внешнего магнитного поля.

Ферромагнетизм возникает в металлах с недостроенной внутренней *d* или *f* электронной оболочкой, радиус которой должен быть достаточно мал по сравнению с расстоянием между атомами кристаллической решетки. В таких металлах спиновые магнитные моменты электронов на недостроенных оболочках вследствие квантовомеханического взаимодействия устанавливаются параллельно, что вызывает самопроизвольную намагни-

ченность. Следующая схема иллюстрирует ориентацию спиновых магнитных моментов на $3d$ оболочке важнейших ферромагнетиков:

$$26\,\mathrm{Fe}\left(3d^6\right)\ \begin{matrix}\uparrow\uparrow\uparrow\uparrow\uparrow\\ \downarrow\quad\quad\quad\ \ \end{matrix},\quad 27\,\mathrm{Co}\left(3d^7\right)\ \begin{matrix}\uparrow\uparrow\uparrow\uparrow\uparrow\\ \downarrow\downarrow\quad\quad\ \end{matrix},\quad 28\,\mathrm{Ni}\left(3d^8\right)\ \begin{matrix}\uparrow\uparrow\uparrow\uparrow\uparrow\\ \downarrow\downarrow\downarrow\quad\ \ \end{matrix}.$$

Двузначные числа перед символами элементов – их номера в периодической системе Д.И. Менделеева. В ряду железо–кобальт–никель уменьшается число нескомпенсированных параллельных спиновых магнитных моментов (четыре, три и два на каждый атом соответственно) и ослабевает ферромагнетизм. Результирующие атомные магнитные моменты самопроизвольно устанавливаются параллельно в пределах каждого домена. При нагревании ферромагнетика тепловое движение разрушает самопроизвольную параллельную ориентацию атомных магнитных моментов и выше некоторой температуры, называемой температурой, или точкой Кюри ($\theta$), тело утрачивает ферромагнитные свойства и становится парамагнетиком (см. раздел 6.7.1).

### 6.1.5. Антиферромагнетики

В некоторых веществах взаимодействие соседних атомов приводит к антипараллельной ориентации их магнитных моментов. Такие вещества называются антиферромагнетиками (Mn, Cr, MnO, FeO, $\alpha$-$Fe_2O_3$, $CrCl_2$ и другие). Строение антиферромагнетика можно представить как взаимное проникновение двух магнитных подрешеток с одинаковыми атомными магнитными моментами, ориентированными антипараллельно (рис. 6.1,а). Намагниченность этих подрешеток взаимно компенсируется и результирующий магнитный момент равен нулю.

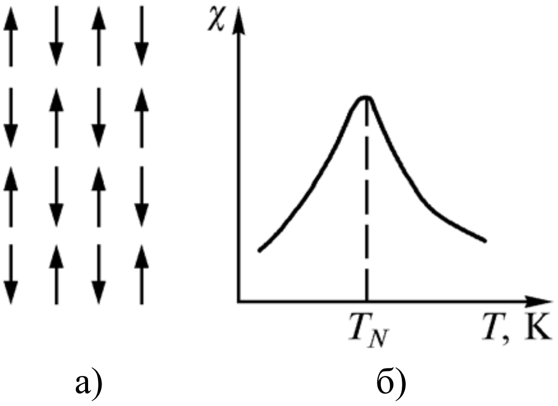



**Рис. 6.1. Схемы магнитного строения антиферромагнетика (а) и температурной зависимости его магнитной восприимчивости (б)**

Антиферромагнетики обнаруживают лишь слабую намагниченность, зависящую от напряженности магнитного поля. Это обусловлено неполнотой компенсации магнитных моментов подрешеток. Магнитная восприимчивость антиферромагнетиков возрастает с повышением температуры вследствие постепенного разрушения тепловым движением строгой попарно антипараллельной ориентации атомных магнитных моментов. При температуре $T_N$, называемой точкой Нееля, происходит полное разрушение магнитных подрешеток, и тело превращается в парамагнетик, подчиняющийся закону Кюри – Вейса (рис. 6.1,б). Значение точки Нееля может быть существенно различным, например $T_N$ хрома 420 К, а $T_N$ $VCl_3$ 30 К.

### 6.1.6. Ферримагнетики

Ферримагнетики, подобно антиферромагнетикам, имеют две взаимно проникающие магнитные подрешетки с антипараллельной ориентацией элементарных магнитных моментов различной величины (рис. 6.2).

Основные свойства ферримагнетиков аналогичны свойствам ферромагнетиков, но температурная зависимость намагниченности может быть существенно различной. Это определяется зависимостью от температуры намагниченностей подрешеток (рис.6.3).

При равенстве точек Кюри подрешеток реализуются зависимости типа а и б (см. рис.6.3). Если точки Кюри различны, то при некоторой температуре $\theta_к$ (точка компенсации) намагниченности решеток равны и суммарная намагниченность равна нулю, но магнитное упорядочение сохраняется (см. рис.6.3).

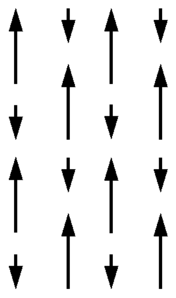


**Рис.6.2 Схема магнитного строения ферримагнетика**

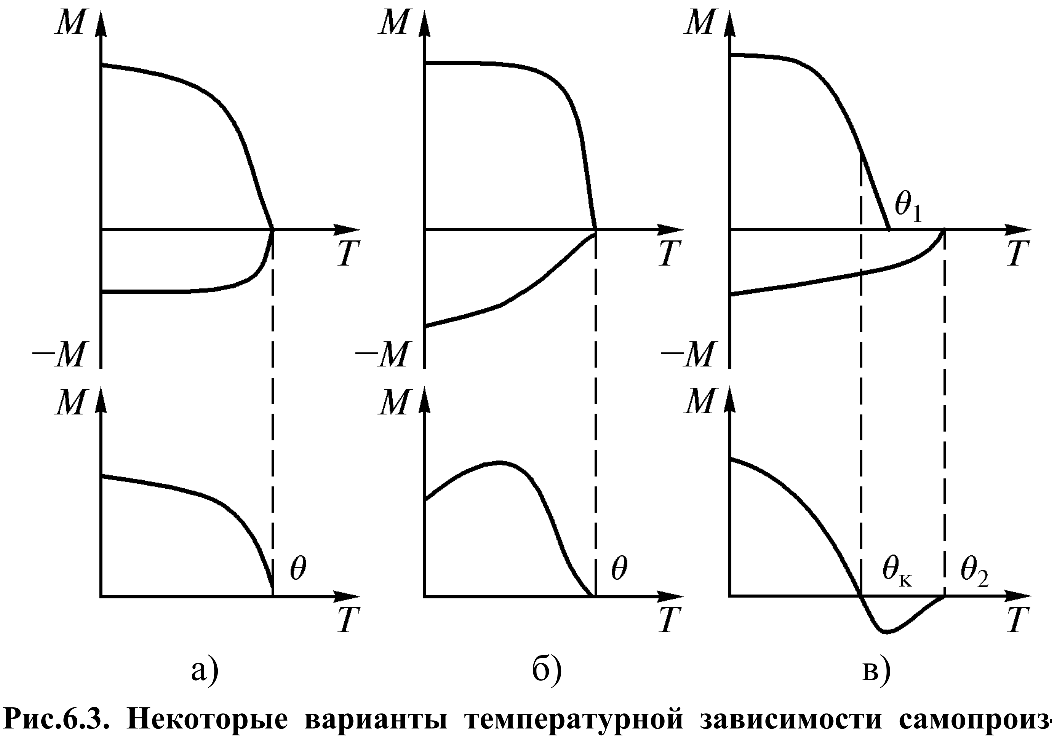



**Рис.6.3. Некоторые варианты температурной зависимости самопроизвольной намагниченности ферримагнетиков: верхний ряд – намагниченности подрешеток, нижний ряд– суммарная намагниченность тела; $\theta$ – точка Кюри, $\theta_к$ – температура компенсации**

Действительная картина может быть гораздо сложнее: число магнитных подрешеток в некоторых случаях больше двух, их векторы намагниченности не антипараллельны, а ориентированы под различными углами.

Типичные ферримагнетики $MO{\cdot}Fe_2O_3$, где М – двухвалентный металл (марганец, железо, кобальт, никель, медь и другие). Такие материалы называют ферритами и широко применяют в радиоэлектронике.

## 6.2. Методы измерения магнитной восприимчивости

### 6.2.1. Физические основы динамометрического метода

Магнитную восприимчивость твердых тел определяют путем измерения силы, действующей на образец со стороны неоднородного магнитного поля (метод Фарадея). Если $P$ – магнитный момент образца, то в поле с градиентом $dH/dx$ на образец действует сила в направлении $x$

$$F_x = P\frac{dH}{dx}. \tag{6.8}$$

Так как $P = MV$ ($M$ – намагниченность образца ,$V$ – его объем), то

$$F = MV\frac{dH}{dx} = \chi_V VH\frac{dH}{dx}. \tag{6.9}$$

Здесь $\chi_V$ – восприимчивость единицы объема. Аналогично можно записать

$$F = \chi mH\frac{dH}{dx}, \tag{6.10}$$

где $\chi$ – восприимчивость единицы массы.

Методы определения магнитной восприимчивости, основанные на измерении силы $F$ и величины $H(dH/dx)$, называют *абсолютными***.** Приборы, основанные на этом принципе, получили название магнитных весов независимо от их конструкции.

Используя магнитные весы и применяя в качестве эталона вещество с известной восприимчивостью, можно не определять $H(dH/dx)$, но в таком случае исследуемый образец и эталон должны находиться в момент измерения силы в одном и том же месте пространства с определенным значением $H(dH/dx)$ (*относительные* измерения).

При относительных измерениях для образца $F = \chi mH\frac{dH}{dx}$, а для эталона $F_э = \chi_э m_э H\frac{dH}{dx}$. Отсюда

$$\frac{F}{F_э} = \frac{\chi m}{\chi_э m_э} \quad \text{и} \quad \chi = \chi_э\frac{m_э}{m}\cdot\frac{F}{F_э}. \tag{6.11}$$

Магнитное поле $H$ создают с помощью электромагнита, питаемого постоянным током. Для повышения точности измерений напряженность поля должна быть высокой, а область межполюсного пространстве электромагнита с постоянством $H(dH/dx)$ – достаточной для размещения в ней образца.

### 6.2.2. Конструкции магнитных весов

В простейшем случае для измерения силы, действующей на образец со стороны неоднородного магнитного поля, могут быть применены обычные аналитические весы, не имеющие ферромагнитных деталей. Работать на такой установке не удобно – трудно обеспечить плавное уравновешивание весов с помощью разновесов. Обычно магнитные весы изготавливают индивидуально, исходя из задач исследования и возможностей изготовителя. Поэтому было изготовлено немало различных разновидностей магнитных весов, более или менее значительно различающихся по принципу действия и устройству. Ниже кратко рассмотрены некоторые разновидности их.

*Рычажные магнитные весы* специальной конструкции (рис. 6.4) гораздо удобнее при измерении магнитной восприимчивости, чем обычные аналитические весы, приспособленные для этой цели.

Образец 2 и небольшой цилиндрический постоянный магнит 9, подвешены к коромыслу 4, закрепленному на тонких растяжках 6 из бериллиевой бронзы. Образец находится в межполюсном пространстве электромагнита 1, а намагниченный стерженек 9 частично введен в компенсационную катушку $L_к$. Сила, действующая на образец, уравновешивается с помощью компенсационной катушки, ток в которой регулируется реостатом $R2$. Миллиамперметр в цепи компенсационной катушки может быть проградуирован в единицах силы. При измерении диамагнитной и парамагнитной восприимчивости направление тока в компенсационной катушке должно быть различным. Переключатель, необходимый для этой цели, на рис. 6.4 не показан.

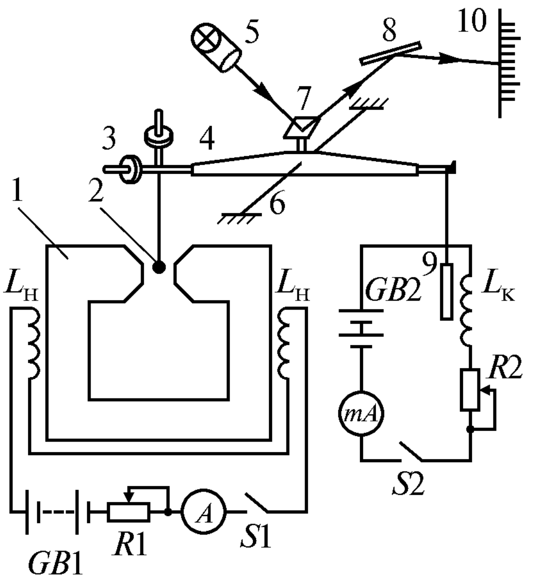



**Рис. 6.4. Схема рычажных весов с электромагнитным уравновешиванием: 1 – сердечник электромагнита; 2 – образец; 3 – регулировочные гайки; 4 – коромысло; 5 – осветитель; 6 – растяжки; 7, 8 – зеркала; 9 – постоянный магнит; 10 – шкала**

Форма полюсных наконечников подбирается таким образом, чтобы обеспечить постоянство $H(dH/dx)$ на длине от 5 до 10 мм. Это необходимо при абсолютных измерениях. В случае относительных измерений можно не предъявлять особых требований к постоянству $H(dH/dx)$, если всякий раз обеспечивается установка образца и эталона в одну и ту же точку межполюсного пространства.

Для гашения колебаний коромысла весов используют масляный демпфер (на рис. 6.4 не показан).

Чувствительность рычажных весов может быть доведена до $10^{-7}$ Н.

В межполюсном пространстве электромагнита можно установить миниатюрную печь или охлаждающее устройство, что позволит изучать температурную зависимость магнитной восприимчивости.

*Маятниковые магнитные весы* отличаются тем, что перемещение образца при его взаимодействии с магнитным полем электромагнита происходит в горизонтальном направлении. Маятниковые весы с фотоэлектрической регистрацией нулевого положения и электромагнитным уравновешиванием (рис. 6.5) позволяют измерять восприимчивость порядка $10^{-6}$ при массе образца несколько граммов.

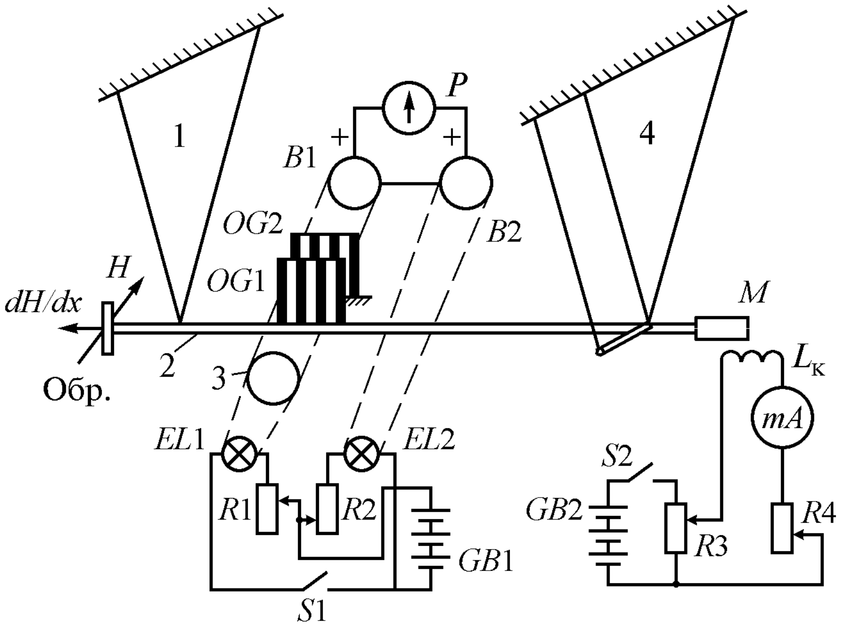



**Рис.6.5. Схема маятниковых весов с фотоэлектрической регистрацией нулевого положения: 1, 4 – подвески, 2 – стеклянная трубочка, 3 – конденсор, Обр. – образец, *OG*1, *OG*2 – оптические решетки, *EL*1, *EL*2 – осветительные лампы, *B*1, *B*2 – фотоэлементы, *P* – нульгальванометр, *M* – постоянный магнит, $L_к$ – компенсационная катушка**

Основная особенность этой конструкции магнитных весов – высокая точность отсчета нулевого положения образца, в котором производится измерение силы. Система подвески образца 1, 4 обеспечивает его перемещение только в горизонтальном направлении. Отсчетное устройство состоит из двух каналов. Основной канал (левый на рис. 6.5) содержит осветитель *EL*1 с конденсором 3, две оптические решетки *OG*1 и *OG*2 и фотоэлемент *B*1. Оптические решетки образованы чередующимися прозрачными и непрозрачными узкими полосами равной ширины. В нулевом положении подвижная решетка *OG*1 смещена относительно неподвижной решетки *OG*2 на половину ширины полос, что обеспечивает максимальную чувствительность. Фототок фотоэлемента *B*1 в нулевом положении компенсируется фототоком элемента *B*2. При смещении образца решетка *OG*1 перемещается относительно решетки *OG*2. Это приводит к изменению освещенности фотоэлемента *B*1 и его фототока, показания нуль-гальванометра *P* изменяются. Подбирая направление и силу тока в

катушке $L_к$, добиваются восстановления исходного положения образца, что происходит в момент восстановления исходных показаний гальванометра. В этот момент отсчитывают величину компенсирующего тока по показаниям миллиамперметра *mA*, по которой определяют силу, действующую на образец.

Существуют и другие конструкции маятниковых весов, отличающиеся способами отсчета нулевого положения образца и уравновешивания весов.

Кроме рассмотренных существуют также приборы для измерения магнитной восприимчивости принципиально иных конструкций.

Высокой чувствительностью обладают *крутильные весы.* Сила, действующая со стороны неоднородного магнитного поля на образец, закрепленный с помощью горизонтальной державки на вертикальной нити подвеса, вызывает поворот образца и закручивание подвески. Возвращение образца в исходное положение обычно осуществляется электромагнитным методом; известны также весы с электростатической компенсацией.

*Метод неподвижного образца* заключается во взаимодействии намагничиваемого неподвижно установленного образца со стержневидным небольшим постоянным магнитом, подвешенным на тонкой упругой нити. Метод обладает очень высокой чувствительностью: возможно измерять изменения $\chi_V$ порядка $10^{-8}\ldots10^{-9}$.

### 6.2.3. Магнитометрический метод определения магнитной восприимчивости

Рассмотренный ниже метод по существу является разновидностью метода неподвижно закрепленного образца. Не останавливаясь подробно на конструкции магнитометров, рассмотрим принципиальные основы метода.

Цилиндрический образец намагничивается полем соленоида $H_т$ и взаимодействует с магнитной стрелкой, представляющей собой намагниченный стерженек, подвешенный за его середину на вертикальной нити. Поле $H_т$ намагничивающего соленоида компенсируется в месте расположения магнитной стрелки равным и противоположно направленным полем другого соленоида. Таким образом, на магнитную стрелку действует только поле *H*, создаваемое намагниченным образцом. В общем случае напряженность поля *H* в произвольной точке *x* (рис. 6.6,а)

$$H = \frac{P}{L^3}\left(1 + 3\cos^2\theta\right)^{0,5}, \tag{6.12}$$

где *P* – магнитный момент образца, *L* – расстояние от центра образца до точки *x*. Формула справедлива при условии что $L \gg l$, где $l$ – длина образца. Направление поля *H* совпадает с прямой *bx*, полученной следующим

построением. На прямую *ox* от точки *o* откладывают отрезок *oa* =1/3 *ox*, из точки *a* восстанавливают перпендикуляр до пересечения с осью образца в точке *b*. Прямая *bx* и определяет направление поля образца.

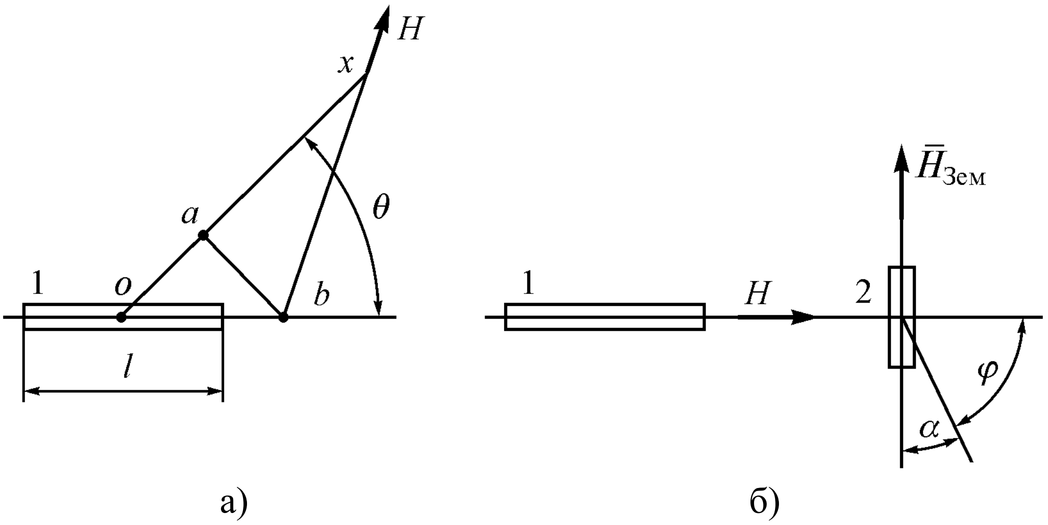



**Рис. 6.6. Определение поля $\overline{H}$, создаваемого намагниченным образцом 1 в произвольной точке *x* (а), и размещение образца и магнитной стрелки 2 в первом гауссовом положении (б): $\overline{H}_{Зем}$ – горизонтальная составляющая магнитного поля Земли**

Для первого гауссового положения (рис. 6.6,б) $\theta = 0$ и, следовательно,

$$H = \frac{2P}{L^3} = \frac{2MV}{L^3}. \tag{6.13}$$

Здесь $M$ – намагниченность образца, $V$ – его объем. На магнитную стрелку со стороны поля образца действует вращающий момент

$$M_{вр} = P'H\sin\varphi. \tag{6.14}$$

Здесь $P'$ – магнитный момент стрелки, $\varphi$ – угол между продольной осью стрелки и вектором поля образца. Из уравнений (6.13) и (6.14) следует

$$M_{вр} = P'\frac{2MV}{L^3}\sin\varphi. \tag{6.15}$$

Так как $\sin\varphi = \sin(90° - \alpha) = \cos\alpha$ (где $\alpha$ – угол между направлением горизонтальной составляющей земного поля и продольной осью стрелки), то

$$M_{вр} = P'\frac{2MV}{L^3}\cos\alpha. \tag{6.15 а}$$

В момент равновесия магнитной стрелки на нее действует также вращающий момент со стороны земного поля, равный и противоположный вращающему моменту поля образца (противодействующим моментом со стороны закрученной нити подвески образца пренебрегаем)

$$M_{вр.Зем} = P'H_{Зем}\sin\alpha. \tag{6.16}$$

Приравняв правые части уравнений (6.15,а) и (6.16), получаем

$$\frac{2MV}{L^3}\cos\alpha = H_{\text{Зем}}\sin\alpha$$

и

$$M = \frac{H_{\text{Зем}}L^3}{2V}\text{tg}\alpha. \qquad (6.17)$$

Угол поворота стрелки $\alpha$ определяют с помощью скрепленного с ней небольшого зеркальца. При повороте стрелки на угол $\alpha$ отраженный луч повернется на угол $2\alpha$. Если $l_{\text{ш}}$ – расстояние от зеркальца до шкалы, $n$ – отсчет по шкале, то $\text{tg}\alpha = n/2l_{\text{ш}}$, а уравнение (6.17) приобретает вид

$$M = \frac{H_{\text{Зем}}L^3}{4Vl_{\text{ш}}}. \qquad (6.18)$$

Зная намагниченность образца, легко найти магнитную восприимчивость

$$\chi = \frac{M}{H_{\text{т}}}. \qquad (6.19)$$

Здесь $H_{\text{т}}$ – напряженность поля соленоида, намагничивающего образец.

Высокая чувствительность одиночной магнитной стрелки, как к неоднородным, так и к однородным магнитным полям затрудняет или даже делает невозможным ее использование в магнитометре для измерения магнитной восприимчивости. Поэтому практически применяют магнитометры с астатической магнитной подвижной системой, нечувствительной к однородным магнитным полям.

Астатическая магнитная система состоит из двух одинаковых жестко скрепленных магнитных стрелок (стерженьков), обладающих равными и противоположно направленными магнитными моментами. Такая система реагирует только на неоднородное поле образца и совершенно нечувствительна к однородным полям. Магнитные поля, создаваемые различными промышленными и лабораторными устройствами являются практически однородными при достаточном удалении от них.

### 6.2.4. Диамагнитные и парамагнитные свойства металлов и сплавов

*Твердые растворы.* Магнитная восприимчивость твердых растворов плавно изменяется по кривой, обращенной выпуклостью к оси концентрации. Отклонение от закона аддитивности считается следствием изменения сил связи при образовании твердых растворов (рис. 6.7). Минимум восприимчивости обычно близок к 50 ат.% концентрации, что связывают с наибольшими нарушениями периодичности поля кристаллической решетки в неупорядоченных твердых растворах. В сплавах натрий–калий восприимчивость изменяется по линейному закону.

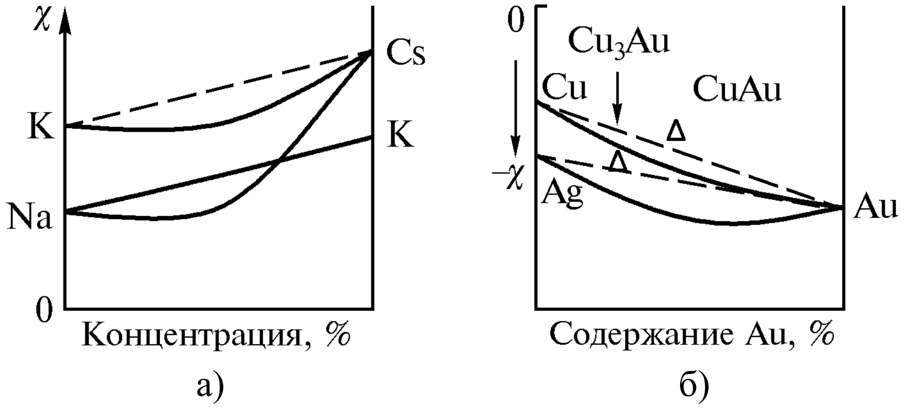



**Рис.6.7. Схема изменения парамагнитной (а) и диамагнитной (б) восприимчивости неограниченных твердых растворов (Δ – упорядоченное состояние)**

Упорядочение может сопровождаться различными эффектами. Сплав CuAu при упорядочении становится менее диамагнитным, а сплав $Cu_3Au$ в упорядоченном состоянии более диамагнитен (рис. 6.7,б).

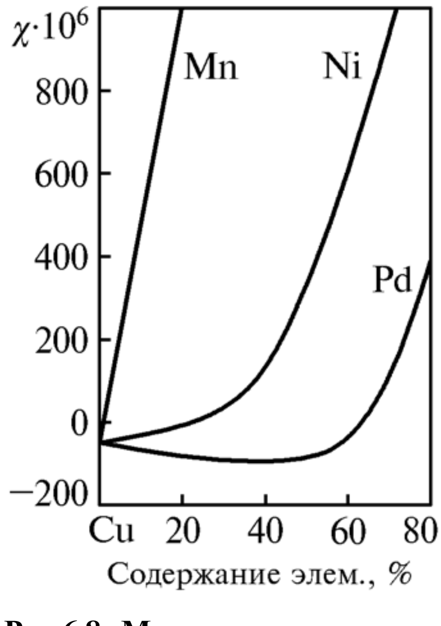



**Рис.6.8. Магнитная восприимчивость сплавов меди с марганцем, никелем и палладием**

Наиболее значительные изменения восприимчивости происходят при растворении в диамагнитных металлах ферромагнетиков и сильных парамагнетиков (рис.6.8).

При сплавлении меди с парамагнитным палладием сначала происходит усиление диамагнетизма, то есть палладий, растворенный в меди, становится диамагнитным, если концентрация его не превосходит приблизительно 30 %. Напротив, марганец резко усиливает парамагнетизм и сплавы Cu–Mn с высокой концентрацией последнего более парамагнитны, чем чистый марганец.

Растворение ферромагнетиков в диамагнитных одновалентных металлах вызывает резкие изменения магнитной восприимчивости их. При сравнительно небольших концентрациях ферромагнетика происходит уменьшение абсолютного значения диамагнитной восприимчивости, а при увеличении содержания растворенного элемента сплав становится парамагнитным и его восприимчивость быстро возрастает (система Cu–Ni). Если ферромагнетик растворяется в многовалентном диамагнетике, то растворяемый элемент становится диамагнитным, что обусловлено заполнением недостроенной 3*d*-оболочки ферромагнетика. Это наблюдается, в частности, при растворении ферромагнитного кобальта в диамагнитной сурьме.

*Интерметаллические соединения и промежуточные фазы.* Образование названных фаз приводит к появлению экстремумов на кривой «состав – магнитная восприимчивость», но возникновение некоторых фаз не вызывает изменений восприимчивости. Например, в сплавах медь–цинк образуются электронные соединения: $\beta$–CuZn, ($c_{эл}$ = 3/2), $\gamma$–$Cu_5Zn_8$ ($c_{эл}$ = 21/13), $\varepsilon$–$CuZn_3$ ($c_{эл}$ = 7/4), где $c_{эл}$ – электронная концентрация. Резкий, острый пик диамагнетизма обнаруживается только при составе, соответствующем $\gamma$-фазе, но ни $\beta$-, ни $\varepsilon$-фаза не отображаются на кривой «состав – восприимчивость» (рис. 6.9). Усиление диамагнетизма при образовании $\gamma$-фазы в латунях совпадает с заполнением первой зоны Бриллюэна.

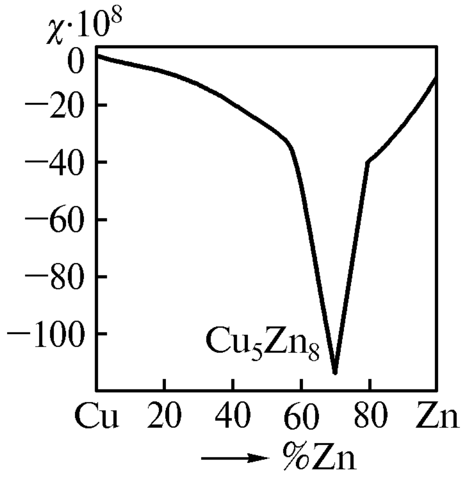



**Рис. 6.9. Магнитная восприимчивость сплавов Cu – Zn**

*Гетерогенные сплавы.* Восприимчивость гетерогенных сплавов в зависимости от концентрации изменяется по прямой, соединяющей восприимчивости фаз, ограничивающих двухфазную область. Вследствие этого в системе цинк–олово можно подобрать сплав с нулевой восприимчивостью (рис. 6.10).

*Магнитная восприимчивость аустенитных сталей.* В большинстве случаев аустенитные стали и сплавы парамагнитны. Исключение составляют сплавы системы железо–никель (все они ферромагнитны) и некоторые антиферромагнитные сплавы системы железо–марганец.

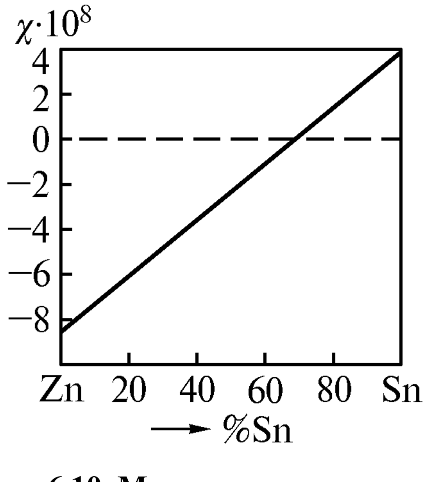



**Рис. 6.10. Магнитная восприимчивость сплавов цинк – олово**

Появление в аустените мельчайших частиц ферромагнитной $\alpha$-фазы может восприниматься как увеличение магнитной восприимчивости аустенита. Чтобы установить, не связана ли большая величина измеренной восприимчивости сплава с наличием ферромагнитных включений, следует определить зависимость намагниченности от напряженности магнитного поля. Намагниченность парамагнитных фаз линейно возрастает с увеличением напряженности поля, а ферромагнитные фазы намагничиваются до насыщения в относительно слабых полях (см. раздел 6.1.3 – суперпарамагнетики).

*Полиморфные превращения* обычно сопровождаются более или менее существенными изменениями магнитной восприимчивости. Например, $\gamma$-железо имеет меньшую восприимчивость, чем парамагнитные $\alpha$- и

$\delta$-железо. Различна и степень зависимости восприимчивости от температуры в $\alpha$- или $\delta$- и в $\gamma$-состояниях (рис. 6.11).

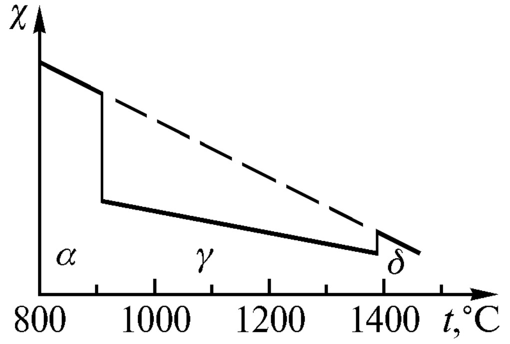



**Рис. 6.11. Температурная зависимость магнитной восприимчивости железа (схема)**

Иногда при полиморфном превращении изменяется не только величина, но и знак магнитной восприимчивости. В частности парамагнитное белое олово при превращении в серое становится диамагнитным.

*Пластическая деформация* также может изменять магнитную восприимчивость металлов и сплавов, как по величине, так и по знаку. Например, деформация уменьшает диамагнетизм меди и цинка, а при значительной деформации медь становится парамагнитной. В таком же направлении изменяется магнитная восприимчивость при измельчении зерна: диамагнетизм висмута и сурьмы уменьшается, а селен и теллур становятся парамагнитными при значительном измельчении зерна.

## 6.3. Статические магнитные параметры магнитных металлов и сплавов

Магнитными материалами называют все вещества, не являющиеся диамагнетиками, парамагнетиками или антиферромагнетиками. Магнитные материалы условно подразделяются на ферромагнитные и слабомагнитные с магнитной восприимчивостью $\chi < 100$.

### 6.3.1. Магнитные параметры основной кривой намагничивания ферромагнетиков

Основной кривой намагничивания называют зависимость намагниченности или индукции предварительно размагниченного материала от напряженности намагничивающего поля (рис. 6.12).

Размагничивание должно обеспечить снижение намагниченности магнитного материала до нуля. Термическое размагничивание заключается в нагреве тела выше точки Кюри и охлаждении в отсутствии внешних магнитных полей. Во многих случаях удобнее воспользоваться динамическим размагничиванием, при котором на тело действует знакопеременное магнитное поле с амплитудой, постепенно убывающей от значения, соответствующего намагниченности технического насыщения, до нуля.

Магнитная индукция основной кривой намагничивания

$$B = \mu_0 (H + M). \quad (6.20)$$

Здесь $H$ – напряженность намагничивающего поля, $M$ – намагниченность материала, $\mu_0$ – магнитная постоянная. Единица магнитной индукции Тесла (Тл) – индукция такого поля, в котором каждый метр проводника с током 1 А, расположенного перпендикулярно направлению вектора индукции, испытывает силу 1 Н. Размерность индукции [B] = $MT^{-2}I^{-1}$. Определения, единицы и размерности $H$, $M$ и $\mu_0$ приведены в разделе 6.1.1.

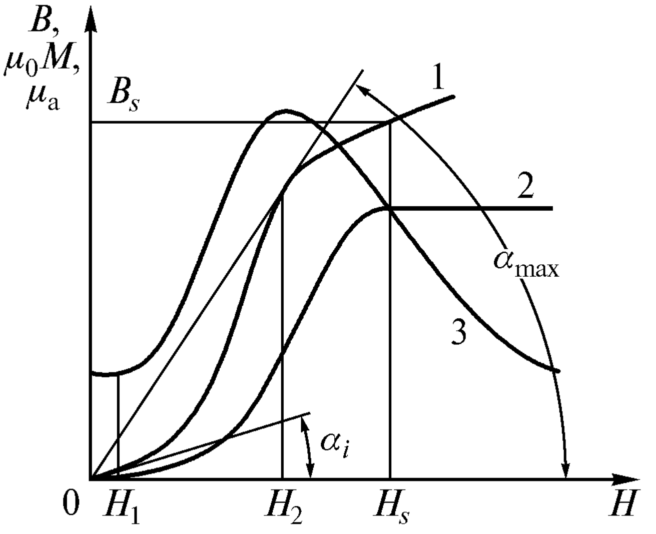



**Рис. 6.12. Основная кривая намагничивания ферромагнетика по индукции (1), по намагниченности (2) и зависимость $\mu_a$ от $H$ (3): $H_s$ – насыщающее поле**

В дальнейшем предполагается, если не указано иначе, что направления векторов напряженности магнитного поля, намагниченности и индукции совпадают. Это позволяет оперировать модулями названных величин.

Абсолютной магнитной проницаемостью $\mu_a$ называют отношение $B/H$ в любой точке основной кривой намагничивания. Следовательно

$$B = \mu_a H. \tag{6.21}$$

Подставив это значение индукции в уравнение (6.20), и учтя, что $M = \chi H$, получим

$$\mu_a = \mu_0 (1 + \chi), \tag{6.22}$$

где $\chi$ – магнитная восприимчивость. Практически удобно пользоваться относительной магнитной проницаемостью $\mu_r = \mu_a / \mu_0$, откуда следует

$$\mu_a = \mu_0 \mu_r. \tag{6.23}$$

С учетом последнего из соотношения (6.21) получим

$$\mu_r = 1 + \chi. \tag{6.24}$$

Заметим, что нередко $\mu_r$ обозначают $\mu$.

На основной кривой намагничивания выделяют три характерных участка. Область слабых полей (область Релея), в пределах которой магнитная проницаемость постоянна (до $H_1$ на рис. 6.12) и называется начальной магнитной проницаемостью $\mu_i$ (частный случай абсолютной проницаемости $\mu_a$)

$$\mu_i = \lim_{H \to 0} \frac{B}{H} = \mathrm{tg}\alpha_i. \tag{6.25}$$

Область быстрого возрастания магнитной индукции (от $H_1$ до $H_2$ на рис. 6.12). На этом участке магнитная проницаемость быстро возрастает до ее максимального значения $\mu_{max} = tg\alpha_{max}$ (предельное значение $\mu_a$).

Область сильных полей (выше $H_2$) характеризуется снижением магнитной проницаемости. Намагниченность на этом участке приближается к предельному для данного материала значению $M_s$ – намагниченности технического насыщения, равной самопроизвольной намагниченности ферромагнитных доменов. Значению $M_s$ соответствует индукция насыщения $B_s$ (рис. 6.12). Дальнейшее возрастание индукции обусловлено только увеличением напряженности магнитного поля и происходит по линейному закону. В очень сильных полях, бóльших насыщающего поля $H_s$, абсолютная магнитная проницаемость стремится к единице.

Проницаемость возрастания $\mu_\Delta = \Delta B/\Delta H$ описывает изменение магнитного состояния материала при небольшом приращении напряженности поля в любой точке основной кривой намагничивания (рис. 6.13,а).

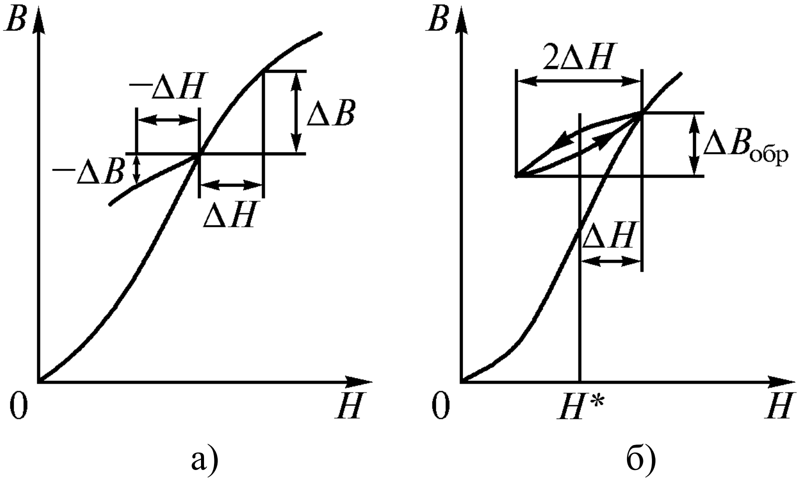



**Рис. 6.13. Схема определения магнитной проницаемости возрастания, проницаемости убывания (а) и обратимой магнитной проницаемости (б)**

Проницаемость убывания $\mu_\delta = -\Delta B/-\Delta H$ характеризует изменение магнитного состояния тела при малом уменьшении напряженности поля, считая от любой точки основной кривой намагничивания (рис. 6.13,а).

Обратимая магнитная проницаемость отображает изменение магнитного состояния материала при одновременном действии поля $H^*$ и знакопеременного поля малой амплитуды (рис. 6.13,б):

$$\mu_{обр} = \lim_{\Delta H \to 0} \frac{\Delta B_{обр}}{2\Delta H}.$$

*Безгистерезисная кривая намагничивания.* Форма основной кривой намагничивания обусловлена существованием доменной структуры и механизмом намагничивания (см. раздел 6.4.2). Для достижения намагниченности насыщения необходима затрата энергии источника намагничивающего поля, преодолевающего силы внутреннего трения, противодействующие намагничиванию.

При построении безгистерезисной кривой энергию, требующуюся для преодоления сил трения, подают от дополнительного источника. Каждая точка безгистерезисной кривой получается при одновременном действии слабого постоянного магнитного поля, например $H_a$, и переменного поля, амплитуда которого плавно убывает от значения, соответствующего насыщению, до нуля при каждом значении постоянного поля (рис. 6.14). В результате индукция возрастает от значения $B_a$ до $B_{a'}$, соответствующая последней точка $a'$ лежит на безгистерезисной кривой. Безгистерезисная кривая обратима, отличается высокой магнитной проницаемостью $\mu_{\text{а},h}$, практически постоянной при индукциях от нуля до (0,5…0,7) $B_s$.

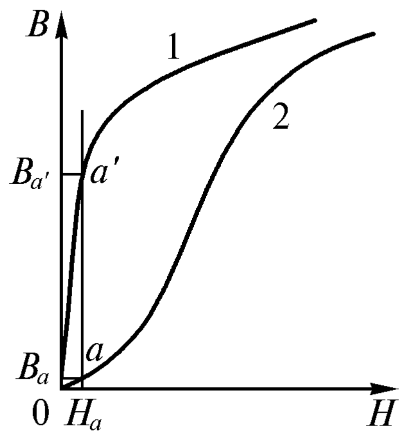



**Рис. 6.14. Безгистерезисная (1) и обычная (2) кривые намагничивания**

Отклонение безгистерезисной кривой от оси ординат обусловлено дефектами кристаллической структуры материала.

### 6.3.2. Магнитные параметры петли гистерезиса

Вследствие необратимости процессов намагничивания зависимость индукции от напряженности циклически изменяющегося магнитного поля оказывается неоднозначной и несовпадающей с основной кривой.

Петлей гистерезиса называют замкнутую кривую $B(H)$ или $M(H)$, получающуюся при периодическом, медленном изменении намагничивающего поля в заданных пределах, которым соответствуют установившиеся значения индукции или намагниченности. Явления гистерезиса не наблюдаются в областях очень слабых и, напротив, очень сильных магнитных полей. Причины этих эффектов будут рассмотрены ниже.

Симметричная петля гистерезиса получается при изменении напряженности намагничивающего поля в пределах $\pm H$. Петля называется максимальной, если $H_{\max} = H_s$, и частной, если $H_{\max} < H_s$ (рис. 6.15). Любая частная петля гистерезиса заключена внутри максимальной. Основная кривая намагничивания является геометрическим местом вершин частных петель гистерезиса.

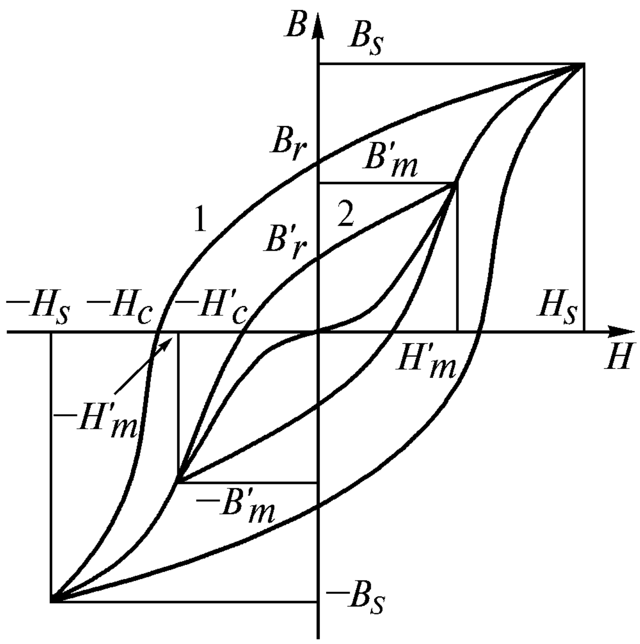



**Рис. 6.15. Максимальная (1) и частная (2) петли гистерезиса**

Основные параметры петли гистерезиса определяются точками пересечения ее с осями координат. Остаточная индукция $B_r$, или реманенц – индукция предварительно намагниченного до насыщения материала, сохраняющаяся после выключения намагничивающего поля при отсутствии других магнитных полей ($B_r = \mu_0 M$). Коэрцитивной силой называют напряженность магнитного поля, в котором намагниченность или индукция предварительно намагниченного до насыщения образца обращается в нуль. В соответствии с этим различают коэрцитивную силу по намагниченности $H_c$, или $H_{cM}$ и коэрцитивную силу по индукции $H_{cB}$. Всегда $H_{cM} > H_{cB}$, но для материалов с $H_{cM} < 500$ А/см значения коэрцитивной силы, определенные по намагниченности и по индукции, близки.

Точки пересечения частной петли с осями индукции и напряженности поля соответственно называют остаточной индукцией и коэрцитивной силой на частной петле и обозначают $B'_r$ и $H'_c$.

Кривая размагничивания – это участок петли гистерезиса от $B_r$ до $-H_c$, определяющий свойства высококоэрцитивных материалов, применяемых для изготовления постоянных магнитов. Каждой точке кривой размагничивания с координатами *H*, *B* соответствует объемная плотность потенциальной энергии

$$W = \frac{BH}{2}. \qquad (6.26)$$

От этой величины зависит напряженность магнитного поля, создаваемого постоянным магнитом в межполюсном пространстве. Зависимость $W(B)$ имеет максимум (рис. 6.16), определяющийся значениями $B_r$, $H_c$ и формой кривой размагничивания, характеризуемой коэффициентом выпуклости кривой $\gamma = (BH)_{\max} / B_r H_c$. Чем ближе $\gamma$ к единице, тем больше значение *W* при неизменных остаточной индукции и коэрцитивной силе. Удвоенное значение максимальной магнитной энергии $(BH)_{\max}$ называется энергетическим произведением.

Изменение магнитного состояния тела от точки $A$ до точки $C$ и обратно (рис. 6.16) происходит по кривым возврата, образующим частную несимметричную петлю гистерезиса.

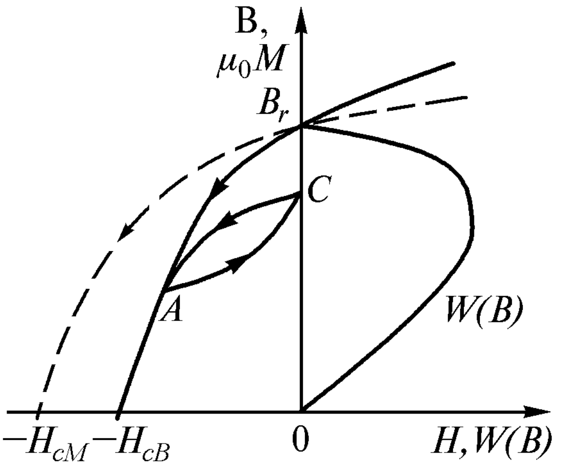



**Рис. 6.16. Кривые размагничивания $B_r$–$H_c$, плотность потенциальной энергии $W(B)$ и кривые возврата $A$–$C$–$A$**

Площадь, ограниченная максимальной петлей гистерезиса, пропорциональна работе, затрачиваемой на один цикл перемагничивания материала, то есть на изменение его состояния от $B_s$ до $-B_s$ и снова до $B_s$ (см. рис. 6.15). Эта характеристика имеет важное значение для материалов, работающих в переменных магнитных полях. Работа перемагничивания, выражаемая как мощность, отнесенная к одному килограмму массы магнитопровода, называется потерями на гистерезис и обозначается $P_г$, Вт/кг.

Некоторые сплавы имеют петлю гистерезиса, форма которой близка к прямоугольнику. В таких случаях форма петли характеризуется коэффициентом прямоугольности $K_{\square,h} = B_r / B_s$. Чем ближе $K_{\square,h}$ к единице, тем больше петля приближается к прямоугольнику.

### 6.3.3. Магнитная энергия ферромагнетиков

В разделе 6.1.4 уже отмечалось, что ферромагнитные тела в ненамагниченном состоянии состоят из ряда областей, самопроизвольно намагниченных до насыщения, называемых доменами. Такой спонтанный магнетизм обусловлен электростатической энергией обменного взаимодействия. Кроме того, ферромагнетики обладают и магнитной энергией, подразделяемой на магнитостатическую энергию и энергию анизотропии.

*Магнитостатическая энергия*, в свою очередь, подразделяется на два вида.

1. Энергия взаимодействия постоянного магнитного поля с постоянным магнитным моментом

Пусть однодоменная частица с намагниченностью $M$ находится в постоянном магнитном поле $H$. Если при любом угле $\varphi$ между векторами намагниченности и напряженности поля значение вектора $M$ не меняется, то энергия

$$W_H = -\mu_0 H M \cos\varphi . \qquad (6.27)$$

Знак «минус» показывает, что энергия $W_H$ минимальна при параллельных $\overline{H}$ и $\overline{M}$ $(\cos\varphi = 1)$ и максимальна, если эти векторы антипараллельны $(\cos\varphi = -1)$. Отрицательное значение $W_H$ означает снижение общей свободной энергии системы под влиянием магнитостатической энергии.

2. Энергия, связанная с размагничивающим полем

Рассмотренные выше основная кривая намагничивания и петля гистерезиса соответствуют замкнутой магнитной цепи (ЗМЦ, см. раздел 6.5.1), то есть могут быть получены на образцах кольцевой формы. В этом случае намагниченность материала $M$ определяется внешним намагничивающим полем $H_{\text{т}}$ и магнитными параметрами материала.

При намагничивании образца конечных размеров незамкнутой формы (например, цилиндрического) внутри него создается поле $H_{\circ}$, направленное против намагниченности $M$ внутри образца и против внешнего поля $H_{\text{т}}$. Таким образом, внутри образца напряженность результирующего поля (истинного, эффективного), намагничивающего образец, оказывается ниже напряженности внешнего поля, создаваемого намагничивающим устройством (рис. 6.17).По абсолютной величине истинное намагничивающее поле

$$H = H_{\text{т}} - H_{\circ}. \qquad (6.28)$$

Размагничивающее поле

$$H_{\circ} = NM, \qquad (6.29)$$

где $N$ – размагничивающий фактор, или коэффициент размагничивания, зависящий от размеров и формы образца. Происхождение размагничивающего поля объясняют следующим образом. Скачок намагниченности на торцах образца (внутри $M$, снаружи – нуль) можно отождествить с существованием гипотетических «магнитных зарядов» с поверхностной плотностью $\sigma_m$. Эти заряды имеют разные знаки: $+\sigma_m$ у северного полюса и $-\sigma_m$ – у южного. «Магнитные заряды» создают собственное магнитное поле $H_{\circ}$, направленное против внешнего поля $H_{\text{т}}$ внутри образца и по его бокам. У самых полюсов снаружи образца направление полей $H_{\circ}$ и $H_{\text{т}}$ совпадает (см. рис. 6.17).

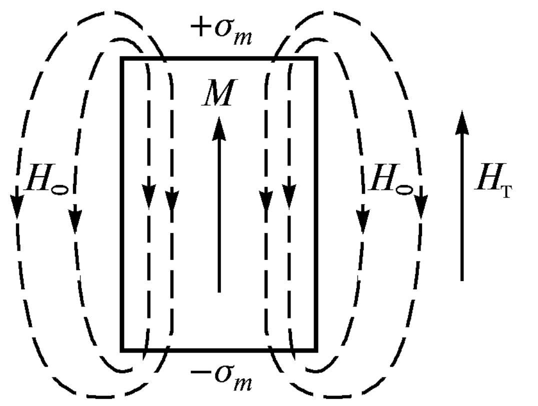



**Рис. 6.17. Возникновение внутреннего размагничивающего поля $H_{\circ}$ при намагничивании стержневидного образца внешним полем $H_{\text{т}}$**

С размагничивающим полем связана составляющая магнитостатической энергии $W_N$ (для стержневидных образцов)

$$W_N = 0{,}5\mu_0 N M^2. \qquad (6.30)$$

Призматические и цилиндрические образцы намагничиваются неоднородно, поэтому $N$ в формуле (6.30) – некоторая эффективная величина. Образцы, имеющие форму вытянутого эллипсоида вращения, намагничиваются однородно и для них размагничивающий фактор постоянен по объему образца.

*Энергия магнитной анизотропии* также подразделяется на два вида.

1. Кристаллическая энергия

Намагничивание кристаллов ферромагнетиков происходит не одинаково в различных кристаллографических направлениях (рис. 6.18).

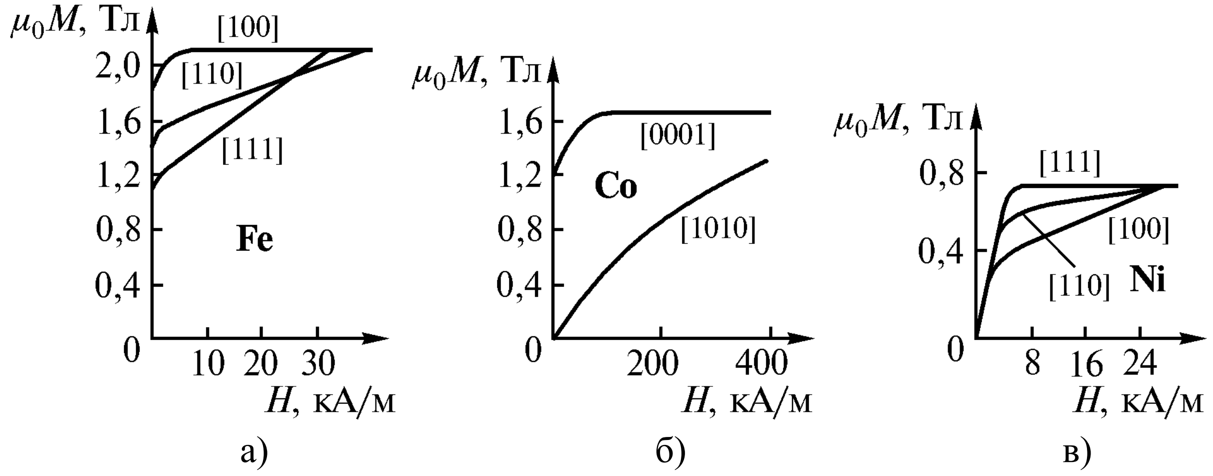



**Рис. 6.18. Основные кривые намагничивания монокристаллов железа, кобальта и никеля вдоль главных кристаллографических направлений**

Мерой «легкости» или «трудности» намагничивания служит работа, необходимая для намагничивания до насыщения предварительно размагниченного образца. Эта работа пропорциональна площади, заключенной между кривой намагничивания и осью $\mu_0 M$.

Из рис. 6.18 следует, что монокристаллы железа легче всего намагничиваются вдоль ребра куба. Это направление называется направлением легчайшего намагничивания. В противоположность этому диагональ куба [111] – направление трудного намагничивания. Энергией кристаллической анизотропии называют разность энергий намагничивания в заданном и в легчайшем направлениях. Полная энергия анизотропии $W_K$ равна разности энергий намагничивания в трудном и легком (легчайшем) направлениях. Для кубических кристаллов с некоторым упрощением

$$W_K = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2). \qquad (6.31)$$

Здесь $K_1$ – константа магнитной анизотропии, Дж/см$^3$; $\alpha_1$, $\alpha_2$, $\alpha_3$ – косинусы углов между вектором намагниченности и кристаллографическими осями. Для железа $K_1 = 4{,}2 \cdot 10^{-2}$ Дж/см$^3$ при 20 °С.

2. Магнитоупругая энергия

При намагничивании происходит изменение размеров тела. Это явление называют магнитострикцией. Объемная магнитострикция – это относительное изменение объема при намагничивании $\Delta V/V$, линейная магнитострикция $\lambda = \Delta l/l$ – относительное изменение длины образца (практически при постоянном объеме). В дальнейшем всюду имеется в виду линейная магнитострикция.

Магнитострикция обусловлена обменным взаимодействием (квантово-механический эффект электростатической природы) и чисто магнитным взаимодействием атомных магнитных моментов. При охлаждении однодоменной частицы (см. раздел 6.4) ниже точки Кюри атомные магнитные моменты самопроизвольно устанавливаются вдоль оси легкого намагничивания, что приводит к изменению размера и формы частицы (рис. 6.19).

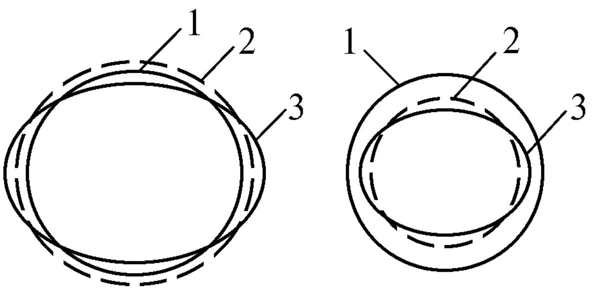



**Рис. 6.19. Схема магнитострикционного изменения размеров и формы однодоменной частицы железа (а) и никеля (б) при охлаждении ниже точки Кюри: 1 – исходное состояние; 2 – изменение объема вследствие обменного взаимодействия; 3 – окончательное изменение, обусловленное взаимодействием магнитных моментов**

Магнитострикция может быть как положительной, так и отрицательной, соответственно чему происходит удлинение или укорочение намагничиваемого стержня.

Возникновение магнитострикции при намагничивании наглядно иллюстрирует модель из магнитных стрелок, установленных на поплавках, плавающих в жидкости, соединенных тонкой пружинкой (рис. 6.20).

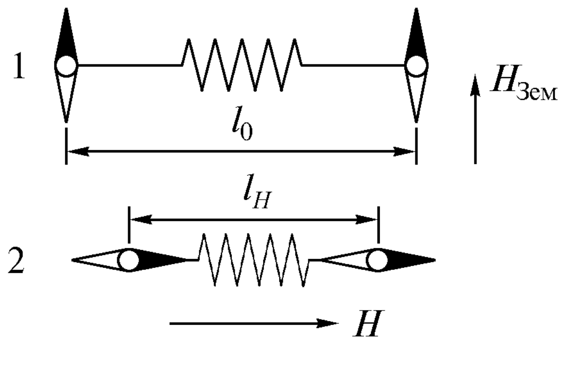



**Рис. 6.20. Модель отрицательной магнитострикции, построенная из магнитных стрелок: 1 – действует только земное поле; 2 – включено внешнее поле *H*, направленное перпендикулярно магнитному меридиану**

Стрелки устанавливаются вдоль магнитного меридиана, если на них действует только земное поле. При этом стрелки взаимно отталкиваются, так как расстояние между одноименными полюсами их меньше, чем между разноименными. Когда сила отталкивания стрелок уравновешивается силой натяжения пружины, между их центрами устанавливается некоторое расстояние $l_0$. Во внешнем магнитном поле *H*, перпендикулярном земному мери-

диану, стрелки ориентируются вдоль вектора поля. Так как теперь наименьшим оказывается расстояние между разноименными полюсами, стрелки сближаются до тех пор, пока сила их взаимного притяжения не будет уравновешена силой сжатия пружины. В этом случае расстояние между центрами стрелок $l_H$ будет меньше, чем в отсутствии внешнего поля.

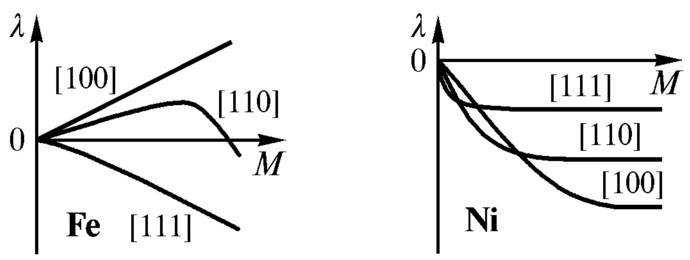
Магнитоупругая энергия по порядку величины равна $\sigma\lambda$, где $\sigma$ – напряжение, возникающее при намагничивании, $\lambda$ – магнитострикция. Так как $\sigma = E\lambda$ ($E$ – модуль нормальной упругости), то

$$W_{\text{м.у}} = E\lambda^2. \qquad (6.32)$$

Здесь $E$ – среднее значение модуля, не зависящее от направления.

В монокристаллах магнитострикция зависит от кристаллографического направления (рис. 6.21).

В поликристаллическом состоянии магнитострикция железа положительна, а никеля – отрицательна и велика по абсолютному значению (рис. 6.22).




а) б)

**Рис. 6.21. Схема изменения магнитострикции монокристаллов железа (а) и никеля (б) в зависимости от намагниченности**

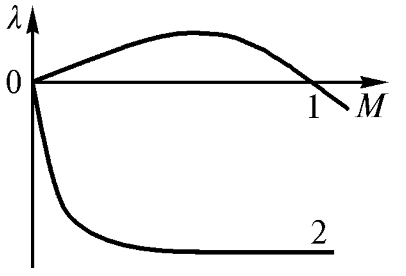



**Рис. 6.22. Магнитострикция поликристаллического железа (1) и никеля (2)**

Магнитострикция обусловливает зависимость намагниченности в слабых полях от величины и направления механических напряжений. Растяжение облегчает намагничивание материала с положительной магнитострикцией и затрудняет, если $\lambda < 0$.

Вследствие магнитострикции неизбежно возникают внутренние напряжения при охлаждении тела с переходом через точку Кюри и при намагничивании его.

## 6.4. Доменная структура ферромагнетиков

### 6.4.1. Причины возникновения и особенности доменной структуры

Выше уже отмечалось (см. раздел 6.1.4), что ферромагнитные тела состоят из доменов – областей, самопроизвольно намагниченных до насыщения, векторы намагничивания которых ориентированы так, что тело в це-

лом представляется немагнитным. Возникновение такой магнитной доменной структуры обусловлено нижеперечисленными причинами.

1. Ниже температуры Кюри вследствие обменного взаимодействия устанавливается параллельная ориентация нескомпенсированных спиновых магнитных моментов на недостроенных *d*- или *f*-оболочках, что приводит к намагниченности ферромагнетика.

2. Возникновение результирующей намагниченности при температурах ниже точки Кюри должно сопровождаться появлением магнитных полюсов, создающих сильное внутреннее размагничивающее поле $H_{\circ}$ и связанную с ним избыточную магнитостатическую энергию $W_N = 0{,}5\mu_0 NM^2$.

3. Энергия размагничивающего поля обусловливает возникновение доменов, образующих замкнутые магнитные цепи таким образом, что тело не обладает результирующей макроскопической намагниченностью. В результате этого достигается значительный выигрыш в энергии.

Доменная структура небольшого прямоугольного тела схематически показана на рис. 6.23. Нетрудно видеть, что векторы намагниченности доменов образуют замкнутые магнитные цепи. Домены 1 и 2, 2 и 3 и так далее, векторы намагниченности которых расположены попарно под углом 90°, образуют 90-градусное соседство. Соприкасающиеся домены с противоположно ориентированными векторами находятся в 180-градусном соседстве. Границы между соседними доменами имеют определенную толщину и представляют собой области, в которых ориентация спинов постепенно изменяется между направлениями намагниченности соприкасающихся доменов.

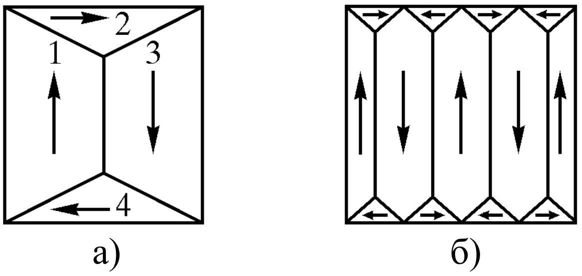



**Рис. 6.23. Схемы доменной структуры малого прямоугольного тела: а – без учета энергии магнитной анизотропии (ее магнитоупругой составляющей), б – с учетом магнитоупругой энергии**

Размеры доменов определяются принципом минимума полной энергии. Если не учитывать энергию магнитной анизотропии, а принимать во внимание только конкурирующее взаимодействие обменной энергии и энергии размагничивающего поля, то размеры доменов должны быть пропорциональны $L^{0,5}$, где $L$ – размер тела (рис. 6.23,а). Для снижения энергии магнитной анизотропии необходимо уменьшение суммарного объема треугольных замыкающих доменов, что происходит при увеличении их числа (рис. 6.23,б). Но вместе с этим возрастает число доменов, находящихся в 180-градусном соседстве, и увеличивается протяженность междоменных границ, с которыми также связана некоторая энергия (обменного происхождения). Размеры доменов опреде-

ляются, в конечном счете, конкурирующим взаимодействием граничной энергии и магнитострикционной энергии 90-градусных доменов. Сумма этих составляющих полной энергии должна быть минимальной.

Из рис. 6.23 следует, что магнитострикционное изменение размеров объемов тела, становящихся доменами при охлаждении ниже точки Кюри, должно приводить к возникновению внутренних напряжений. Например, изменению длины доменов 1 и 3 препятствуют домены 2 и 4, длина которых изменяется в перпендикулярном направлении. При намагничивании тела внешним полем возникают также внутренние напряжения вследствие изменения доменной структуры (см. раздел 6.4.2) и соответствующего перераспределения магнитострикционных деформаций.

Очень мелкие частицы ферромагнетика (сотни межатомных расстояний) однодоменны, то есть являются субмикроскопическими постоянными магнитиками. Образование доменов в таких частицах сопровождалось бы значительным увеличением полной энергии за счет ее составляющей, связанной с границами доменов.

Частицы железа размером менее 1 нм неферромагнитны.

Наблюдение доменной структуры основано на рассеянии магнитного потока в областях междоменных границ. Если образец с полированной плоскостью, свободной от наклепа, поместить в суспензию мельчайших частиц ферромагнитного оксида $Fe_3O_4$, то произойдет взаимодействие их с неоднородными полями рассеяния, в результате чего междоменные границы оказываются декорированными черными частицами оксида. Это позволяет наблюдать доменную структуру с помощью микроскопа.

### 6.4.2. Изменение доменной структуры ферромагнетика при его намагничивании

Намагничивание ферромагнетика, не обладающего результирующей намагниченностью ниже точки Кюри, происходит при внесении его во внешнее магнитное поле. Намагничивание заключается в изменении доменной структуры. В исходном состоянии (поле $H$ = 0) векторы намагниченности доменов попарно компенсируются (рис. 6.24).

На начальном участке кривой намагничивания 1–2 (в релеевской области) обратимому изменению намагниченности соответствует обратимое смещение междоменных границ. Домены, вектор намагниченности которых составляет наименьший угол с вектором напряженности поля, растут с увеличением поля, а неблагоприятно ориентированные домены уменьшаются (точка 2 на рис. 6.24).

В полях большей напряженности – на участке 2–4 – происходит необратимое смещение междоменных границ. Благоприятно ориентированные

домены значительно вырастают (точка 3). Необратимое смещение заканчивается в точке 4. Тело превращается в один гигантский домен, но вектор его намагниченности не совпадает с вектором поля.

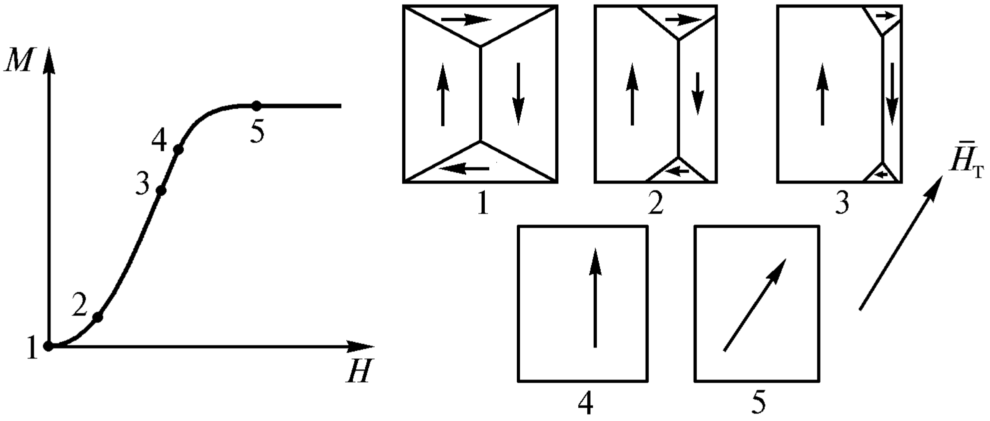



**Рис. 6.24. Схемы кривой намагничивания ферромагнетика и последовательных стадий изменения доменной структуры**

Приближение к насыщению происходит путем поворота вектора намагниченности тела до совпадения с вектором поля (процесс вращения, участок кривой намагничивания 4–5). В очень сильных полях наблюдается дополнительное небольшое увеличение намагниченности, обусловленное парапроцессом – поворотом отдельных элементарных магнитных моментов, разориентированных вследствие теплового движения, до совпадения с вектором намагниченности тела. Возрастание намагниченности, связанное с парапроцессом, называют истинным намагничиванием.

При тщательном измерении индукции (медленное изменение напряженности поля, очень высокая чувствительность аппаратуры) обнаруживается, что крутой участок основной кривой намагничивания состоит из мельчайших скачков, называемых скачками Баркгаузена. Такие же скачки наблюдаются и на ветвях петли гистерезиса. Скачки Баркгаузена соответствуют смещениям границ отдельных доменов.

*Необратимость намагничивания и доменная структура*

Доменная структура ферромагнетиков чрезвычайно чувствительна к любым нарушениям правильности кристаллического строения. Точечные, линейные и поверхностные дефекты решетки, области неоднородности напряженного состояния, микроструктурные элементы – границы зерен, включения различных фаз, неметаллические включения и поры, трещины – все это влияет на доменную структуру. Из предыдущего раздела следует, что высокая структурная чувствительность доменного строения ферромагнетика предопределяет и высокую структурную чувствительность магнитных характеристик, а также необратимость процессов намагничивания.

Любое нарушение регулярности решетки вызывает рассеяние магнитного потока, вследствие чего у дефекта структуры возникают вторичные домены, замыкающие поток рассеяния (рис. 6.25).

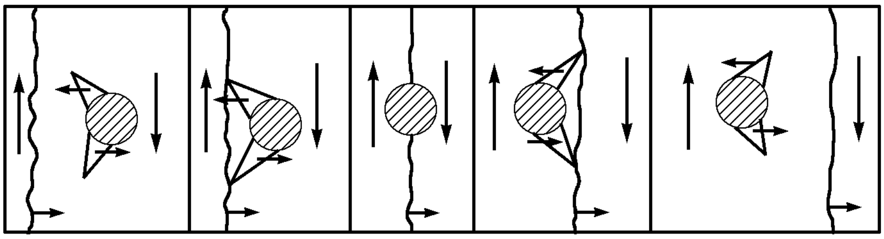



**Рис. 6.25. Изменение вторичной доменной структуры, связанной с дефектом, обусловленное движением междоменной границы под влиянием намагничивающего поля: а–д – различные стадии прохождения междоменной границы через дефект; в – положение междоменной границы, соответствующее минимуму энергии**

Минимуму энергии соответствует наименьший объем вторичных доменов (180-градусная граница в позиции «в» на рис.6.25). Для перемещения границы из положения «а» в позицию «д» при наличии дефекта требуется большее увеличение напряженности намагничивающего поля, чем для смещения границы на такое же расстояние в идеальном материале (подробнее см. в разделе 6.7.2).

Для получения высокой магнитной проницаемости и узкой петли гистерезиса необходимо иметь чистый, максимально однородный материал с наименьшей плотностью дефектов структуры и включений разного рода. Движение междоменных границ тормозится в наибольшей мере включениями, размер которых соизмерим с толщиной границы – $(3\ldots6)\cdot10^{-5}$ см. Напротив, для получения высокой коэрцитивной силы, то есть широкой петли гистерезиса, следует увеличивать плотность неоднородностей структуры.

## 6.5. Измерение статических магнитных параметров материалов

Измерения статических магнитных параметров материалов проводят с целью контроля качества магнитных металлов и сплавов, для определения характеристик деталей и узлов различных приборов, а также для косвенной оценки изменений количества, химического состава и структуры фаз в сплавах при проведении металлофизических исследований.

### 6.5.1. Виды магнитных цепей

Магнитная цепь образуется источником магнитодвижущей силы, образцом и устройствами для проведения магнитного потока. Элементы маг-

нитной цепи могут быть изготовлены из магнитного или слабомагнитного материала, а также могут представлять собой прослойки из немагнитных материалов и воздушные зазоры.

Для магнитной цепи действует *закон полного тока*

$$\oint \bar{H}\, d\bar{l} = F. \qquad (6.33)$$

Здесь $d\bar{l}$ – длина элементарного участка цепи, $F$ – магнитодвижущая сила. Магнитный поток участка цепи из магнитного материала

$$\bar{\Phi} = \int \bar{B}\, dS, \qquad (6.34)$$

где $S$ – площадь поперечного сечения участка. При условии однородной намагниченности участка и нормальности $\bar{B}$ элементу сечения $dS$

$$\Phi = BS. \qquad (6.35)$$

Единица измерения магнитного потока – Вебер (Вб) – поток при индукции 1 Тл через площадку 1 м$^2$, перпендикулярную вектору индукции. 1 Вб = 1 Тл·1 м$^2$ = 10$^4$ Гс·10$^4$ см$^2$ = 10$^8$ Мкс. Размерность $[\Phi] = L^2MT^{-2}I^{-1}$.

*Закон магнитной цепи* вытекает из закона полного тока.

Имея в виду, что $B = \mu_а H$, из уравнения (6.35) получаем $H = \Phi / \mu_а S$. Если $\bar{H}$ совпадает по направлению с $d\bar{l}$ то, подставив найденное значение $H$ в уравнение (6.33), находим

$$\oint \frac{\Phi\, dl}{\mu_а S} = F. \qquad (6.36)$$

Если поток Ф постоянен по длине магнитной цепи, то есть отсутствуют потоки рассеяния, то закон магнитной цепи выражается уравнением

$$\Phi = \frac{F}{\oint \frac{dl}{\mu_а S}} = \frac{F}{R_m}. \qquad (6.37)$$

Здесь $R_m$ – магнитное сопротивление цепи.

*Магнитная цепь называется замкнутой* (ЗМЦ), если в ней отсутствуют участки из материалов с магнитной проницаемостью, меньшей проницаемости образца.

*Разомкнутой называют магнитную цепь* (РМЦ), в которой магнитный поток замыкается через среду с магнитной проницаемостью, значительно меньшей проницаемости материала образца.

При измерениях в РМЦ необходимо определять напряженность магнитного поля, намагничивающего образец (истинное поле $H$). Напряженность истинного поля $H$ не совпадает с напряженностью поля, создаваемого намагничивающим устройством $H_т$. При равных значениях $H_т$ магнитный поток образца в РМЦ меньше, чем в ЗМЦ. В разомкнутой магнитной цепи

$H = H_{т} - H_{o}$ (см. раздел 6.33). Остаточная намагниченность материала в РМЦ после выключения поля $H_{т}$ тем ниже, чем меньше коэрцитивная сила.

*Частично разомкнутой, или частично замкнутой* называют магнитную цепь, состоящую из участков, как с большей, так и с меньшей магнитной проницаемостью, чем проницаемость образца.

### 6.5.2. Образцы и намагничивающие устройства

Из всего многообразия видов образцов и конструкций намагничивающих устройств ниже рассмотрены только те из них, которые чаще применяются в металлофизических исследованиях.

*Образцы замкнутой формы и их намагничивание*

Образцы замкнутой формы не имеют явно выраженных магнитных полюсов, не обладают размагничивающим фактором, поэтому для них напряженность истинного намагничивающего поля и поля, создаваемого намагничивающим устройством, равны: $H = H_{т}$.

Намагничивание кольцевых образцов производится обмоткой, равномерно покрывающей всю окружность образца. В этом случае

$$H = \frac{IW}{\pi d_{ср}}. \qquad (6.38)$$

Здесь $I$ – сила тока в обмотке, $W$ – число витков обмотки, $d_{ср}$ – средний диаметр кольца (образца). Намагничивание кольца однородно, если $d_{нар}/d_{внутр} \le 1{,}3$. Высота кольца прямоугольного сечения практически не влияет на однородность намагничивания. Получение сильных магнитных полей при намагничивании кольцевых образцов затруднено или невозможно вследствие ограниченности объема для размещения обмотки.

При использовании кольцевых образцов определяются истинные магнитные характеристики материала, не зависящие от размеров и формы образцов.

Замкнутая магнитная цепь может быть образована пакетами пластин испытуемого материала, собираемыми так, чтобы пластины следующего слоя перекрывали стыки пластин предыдущего слоя (рис. 6.26).

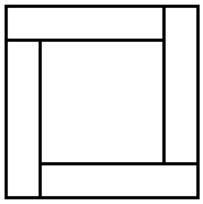


**Рис. 6.26. Расположение пластин в одном из слоев пакета составного образца**

Намагничивающие катушки располагаются на всех четырех сторонах замкнутого пакета пластин. Напряженность намагничивающего поля в этом случае

$$H = \frac{IW}{l_{ср}}, \qquad (6.39)$$

где $l_{ср}$ – средняя длина магнитной цепи.

Вышеописанные образцы и способ их намагничивания применяют для испытаний магнитно-мягких материалов с высокой магнитной проницаемостью и низкой коэрцитивной силой. Намагничивание до насыщения таких материалов происходит в полях сравнительно невысокой напряженности.

*Стержневые образцы круглого и призматического сечений и намагничивание их*

Выше уже отмечалось, что при использовании стержневых образцов напряженность истинного намагничивающего поля меньше напряженности поля, создаваемого намагничивающим устройством ($H = H_{\text{т}} - H_{o}$). Размагничивающее поле пластин в одном из слоев образца: $H_{o} = NM$. В свою очередь, коэффициент размагничивания $N$ зависит от формы и размеров образца, магнитной проницаемости материала и его магнитного состояния. Вследствие этого при испытаниях стержневых образцов в РМЦ определяются не истинные магнитные характеристики материала, а некоторые величины, зависящие от перечисленных выше факторов.

Связь магнитных параметров материала и характеристик, определяемых на стержневых образцах в разомкнутой магнитной цепи, определяется соотношением $H = H_{\text{т}} - H_{o} = H_{\text{т}} - NM$, но точное определение $N$ и, следовательно, $H_{o}$, затруднено. Размагничивающий фактор может быть рассчитан или измерен для образцов, имеющих форму эллипсоида вращения, однородно намагничивающихся в РМЦ. Стержневые образцы круглого или прямоугольного сечения даже в однородном поле намагничиваются неоднородно, поэтому их коэффициент размагничивания различен в разных точках.

Переход от характеристик, определяемых в РМЦ, к магнитным параметрам материала легко осуществляется, если принять, что размагничивающий фактор $N$ для данного образца постоянен, то есть не зависит от намагниченности. Этот переход может быть выполнен расчетным путем и графическим методом (рис. 6.27).

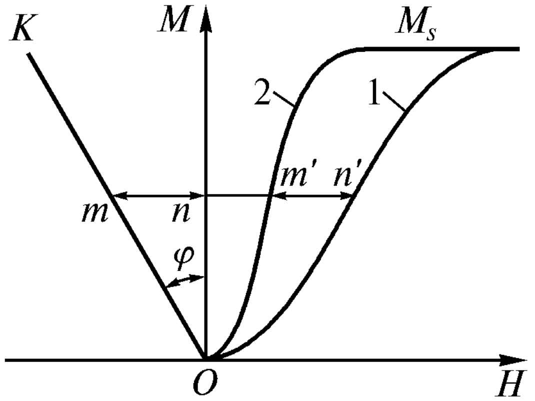



**Рис. 6.27. Построение основной кривой намагничивания кольцевого образца (2) путем обработки основной кривой намагничивания стержневого образца (1) (релеевский сдвиг). Предполагается, что *N* – постоянная величина**

Построив экспериментально основную кривую $M(H_{\text{т}})$ для стержневого образца 1, в соседнем левом квадранте проводят линию сдвига $OK$ под углом $\varphi$ к оси $M$ так, чтобы $\operatorname{tg}\varphi = N$. При этом любой отрезок, параллельный оси $H$, заключенный между осью $M$ и линией сдвига (например, $mn$) численно равен $NM$. На уровне $M$ откладывают влево от

основной кривой *1* отрезок $n'm'$, равный $nm$. Полученная точка $m'$ лежит на основной кривой намагничивания кольцевого образца. Повторяя аналогичные построения для разных уровней *М*, получают всю кривую намагничивания кольцевого образца и, следовательно, связанные с ней магнитные параметры материала (см. раздел 6.3.1). Подобным образом можно преобразовать петлю гистерезиса стержневого образца в петлю гистерезиса материала.

Для намагничивания стержневых образцов в РМЦ применяют различные устройства.

1. Многослойные цилиндрические катушки с естественным охлаждением (поля до 100 кА/м) или с принудительным жидкостным охлаждением (предельные поля до 400…500 кА/м).

2. Соленоиды Биттера – сборные катушки, витки которых изготовлены из дисков или ленты. Соленоиды снабжены конструктивными элементами, обеспечивающими прочность в сильных полях; подвергаются принудительному охлаждению (поля до $8 \cdot 10^3$ кА/м).

3. Импульсные соленоиды, выточенные из бериллиевой бронзы, укрепленные в радиальном и осевом направлениях; питаются разрядом батареи конденсаторов (длительность импульса поля $10^{-3}…10^{-4}$ с, амплитуда напряженности до $8 \cdot 10^4$ кА/м).

4. Электромагниты с железными сердечниками для намагничивания образцов, имеющих форму шара, куба или диска (поля до $2{,}5 \cdot 10^3$ кА/м).

### 6.5.3. Измерение статических магнитных параметров материалов в замкнутой магнитной цепи

*Общие замечания об основах методов и методике измерений*

Наиболее полное представление о магнитных свойствах материала дают основная кривая намагничивания и петля гистерезиса, по которым можно определить магнитные параметры материала. Для построения основной кривой и петли гистерезиса измеряют ряд значений напряженности намагничивающего поля и соответствующих им значений магнитного потока образца $\Phi$, последовательно изменяя напряженность поля в пределах $0 \to H_s \to 0 \to -H_s \to 0 \to H_s$. Индукцию образца находят как $B_{\text{ср}} = \Phi / S$, где $S$ – площадь поперечного сечения образца.

Неподвижность измерительных катушек вынуждает проводить измерения во время изменения напряженности магнитного поля и потока образца. В результате этого возникают систематические погрешности, обусловленные поверхностным эффектом и магнитной вязкостью материала образца и других элементов магнитной цепи. (Магнитной вязкостью называют отставание изменения магнитного потока образца от изменения напряженности

намагничивающего поля). Для исключения погрешности, обусловленной магнитной вязкостью, длительность действия на образец магнитного поля заданной величины и продолжительность измерения $\tau_{изм}$ приращения магнитного потока должны быть не меньше длительности установления постоянства потока при каждом изменении напряженности поля (рис. 6.28).

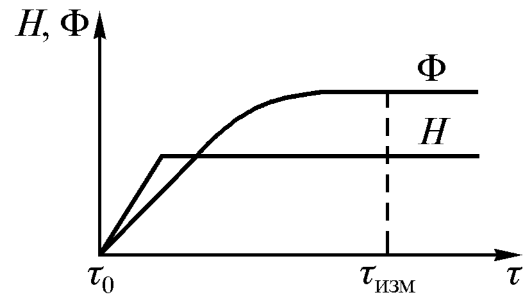



**Рис. 6.28. Схема изменения во времени напряженности магнитного поля и магнитного потока образца**

Измерения статических магнитных параметров материалов проводят различными методами. Ниже рассмотрен индукционно-импульсный метод, широко используемый в металлофизических исследованиях, не требующий применения сложной аппаратуры.

Индукционно-импульсный метод заключается в скачкообразном изменении напряженности намагничивающего поля и измерении приращения магнитного потока индукционным методом.

Основная кривая намагничивания может быть построена путем ступенчатого увеличения напряженности поля и магнитного потока или коммутационным методом. В последнем случае основная кривая находится как геометрическое место вершин частных петель гистерезиса (рис. 6.29; см. также раздел 6.3.2).

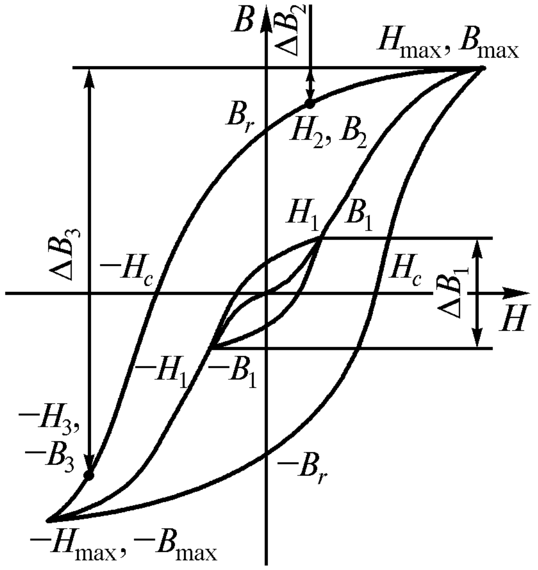



**Рис. 6.29. Схема изменения индукции образца при построении основной кривой намагничивания и петли гистерезиса**

Например, изменяя напряженность поля от $-H_1$ до $+H_1$ или наоборот, регистрируют изменение индукции $\Delta B_1$. Метод коммутации более точен, чем метод ступенчатого увеличения магнитного потока, так как в последнем случае при каждом следующем измерении могут суммироваться погрешности предшествующих измерений.

Методика построения петли гистерезиса различна на разных ее участках. Для получения точек петли от $B_{max}$ до $B_r$, например точки с координатами $H_2$, $B_2$ (см. рис. 6.29), уменьшают напряженность поля от $H_{max}$ до $H_2$ и регистрируют изменение индукции $\Delta B_2$. Точки петли, принадлежащие участку $B_r \ldots - H_c \ldots - B_{max}$, находят подобным образом, но при этом напряженность поля изменяют как по величине, так и

по знаку. Например, для получения точки $-H_3$, $-B_3$ напряженность поля изменяют от $H_{max}$ до $-H_3$, регистрируя изменение индукции $\Delta B_3$, то есть от $B_{max}$ до $-B_3$.

*Измерение статических магнитных параметров на кольцевых образцах* Для измерения статических магнитных параметров магнитно-мягких материалов индукционно-импульсным методом широко применяется баллистическая установка (рис. 6.30), основным измерительным прибором которой является баллистический гальванометр. Баллистическая установка позволяет реализовать вышеописанную методику измерений (см. рис. 6.29).

Перед началом измерений образец должен быть размагничен (см. раздел 6.3.1). Для динамического размагничивания можно использовать намагничивающую обмотку $W_н$, намотанную на образец. Кроме того, перед каждым измерением проводят магнитную тренировку образца, несколько раз изменяя направление тока в намагничивающей обмотке. При построении основной кривой намагничивания магнитную тренировку выполняют при каждом значении тока и, следовательно, напряженности магнитного поля, соответствующим вершинам частных петель гистерезиса, геометрическим местом которых является основная кривая. В случае построения максимальной петли гистерезиса магнитную тренировку проводят при наибольшем токе. Размагничивание образца и последующая магнитная тренировка его необходимы для устранения влияния магнитной предыстории образца на результаты измерений.

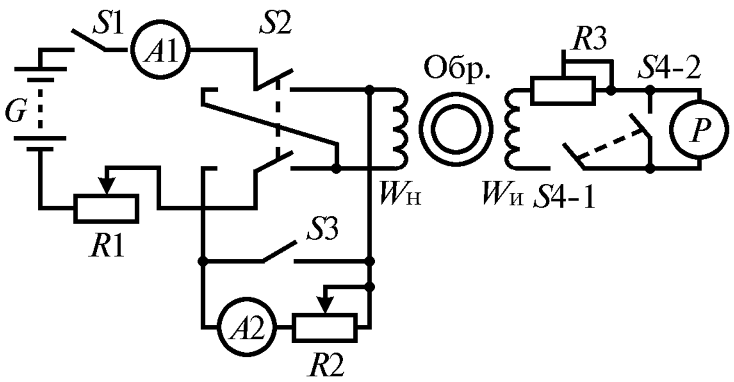



**Рис. 6.30. Упрощенная принципиальная схема баллистической установки для измерения статических магнитных параметров магнитно-мягких материалов: *G* – батарея аккумуляторов; *S*1 – выключатель питания; *R*3 – магазин сопротивлений; *S*4-1, *S*4-2 – переключатели режима работы баллистического гальванометра *P* «измерение–успокоение» (остальные пояснения в тексте)**

Изменение направления тока в намагничивающей обмотке при неизменной его силе осуществляется переключателем *S*2 при замкнутом выключателе *S*3. При разомкнутом *S*3 переключателем *S*2 одновременно изменяются направление и сила тока. Системы реостатов *R*1 и *R*2 служат для установки необходимых значений тока намагничивания образца (Обр.) в том или другом направлении. С помощью магазина резисторов *R*3 изменяют чувствительность баллистического гальванометра *P*.

Измерительная обмотка $W_{и}$ наматывается на кольцевой образец первой, а поверх нее размещается намагничивающая обмотка. Последняя должна быть рассчитана на пропускание тока силой несколько ампер, обеспечивающего намагничивание образца до насыщения. Напряженность намагничивающего поля рассчитывается по уравнению (6.38).

Баллистический гальванометр $P$ служит для измерения индукции образца. Он представляет собой высокочувствительный зеркальный гальванометр с подвижной системой, обладающей большим моментом инерции. Показания баллистического гальванометра пропорциональны количеству электричества $Q$, прошедшего через рамку гальванометра за время действия кратковременного импульса тока

$$Q = C_{\delta}\,\alpha\,. \tag{6.40}$$

Здесь $C_{\delta}$ – баллистическая постоянная гальванометра, $\alpha$ – первое максимальное отклонение рамки, или показание гальванометра. Соотношение (6.40) справедливо при условии, что поворот рамки гальванометра начнется после прекращения импульса тока, прошедшего через нее. Для достижения этого подвижная система гальванометра должна обладать значительной инерцией и специально утяжеляется с помощью дисковидного грузика, жестко скрепленного с рамкой. Количество электричества, прошедшего через рамку, определяется силой тока $I$ и длительностью его действия $\tau$:

$$Q = \int_0^{\tau} I\,d\tau\,. \tag{6.41}$$

По закону Ома $I = E/R$, где $E$ – электродвижущая сила, а $R$ – суммарное сопротивление всей цепи рамки гальванометра. По закону электромагнитной индукции

$$E = -n\frac{d(\Delta\Phi)}{d\tau},$$

где $n$ – число витков измерительной катушки $W_{и}$, $\Delta\Phi$ – изменение магнитного потока образца. Опустив знак «минус», учитывающий направление ЭДС, получим

$$Q = \int_0^{\tau}\frac{nd(\Delta\Phi)}{Rd\tau}d\tau = \frac{n\Delta\Phi}{R}\,. \tag{6.42}$$

Сопоставив уравнения (6.40) и (6.42) и учтя, что $\Delta\Phi = \Delta BS$, где $S$ – площадь поперечного сечения образца, находим $C_{\delta}\,\alpha = \dfrac{n\Delta BS}{R}$, и, следовательно,

$$\Delta B = \frac{C_{\delta}R}{nS}\alpha\,. \tag{6.43}$$

Значения $\Delta B$, определяемые по уравнению (6.43), не являются координатами точек на основной кривой намагничивания или петле гистерезиса, а представляют собой изменения индукции, регистрируемые при построении названных кривых, то есть эквивалентны значениям $\Delta B$ на рис. 6.29.

Для повышения точности измерений необходимо вводить поправку на величину магнитного потока в зазоре между измерительной катушкой и образцом. При построении основной кривой намагничивания в случае изменения поля от $H_1$ до $H_2$ полное изменение магнитного потока через измерительную катушку равно

$$\Delta B_{\text{изм}} S = \Delta B S + \mu_0 \left(H_2 - H_1\right)\left(S_{\text{к}} - S\right). \qquad (6.44)$$

Здесь $S_{\text{к}}$ – средняя площадь поперечного сечения измерительной катушки; $\Delta B_{\text{изм}}$ – измеренное значение изменения индукции, рассчитанное по уравнению (6.43); $\Delta B$ – изменение индукции образца. Отсюда

$$\Delta B = \Delta B_{\text{изм}} - \mu_0 \left(H_2 - H_1\right)\frac{S_{\text{к}} - S}{S}. \qquad (6.45)$$

Если намагничивающее поле изменяется от $-H$ до $+H$, то

$$\Delta B = \Delta B_{\text{изм}} - 2\mu_0 H \frac{S_{\text{к}} - S}{S}. \qquad (6.46)$$

При построении петли гистерезиса

$$\Delta B = \Delta B_{\text{изм}} - \mu_0 \left(H_{\max} - H\right)\frac{S_{\text{к}} - S}{S}. \qquad (6.47)$$

*Измерение статических магнитных параметров материалов на стержневых образцах в замкнутой магнитной цепи*

Существенным недостатком метода измерений статических магнитных параметров материалов на кольцевых образцах является необходимость нанесения измерительной и намагничивающей обмоток на каждый образец. Этот недостаток устранен в аппарате Эпштейна с замкнутой магнитной цепью, образованной набором пластин испытуемого материала (см. раздел 6.5.2, рис. 6.26). Стационарные намагничивающие и измерительные катушки размещены на сторонах квадрата, образованного составным образом.

Другой способ измерений статических магнитных параметров материалов на стержневых образцах в замкнутой магнитной цепи осуществляется в пермеаметрах – приборах, в которых ЗМЦ создается массивным ярмом из железа или иного магнитно-мягкого материала, замыкающим магнитный поток образца. Пермеаметры позволяют построить основные кривые намагничивания и петли гистерезиса преимущественно магнитно-мягких материалов.

Ниже рассмотрены две разновидности пермеаметров, различающиеся конструкцией, способом измерения индукции и методикой измерений.

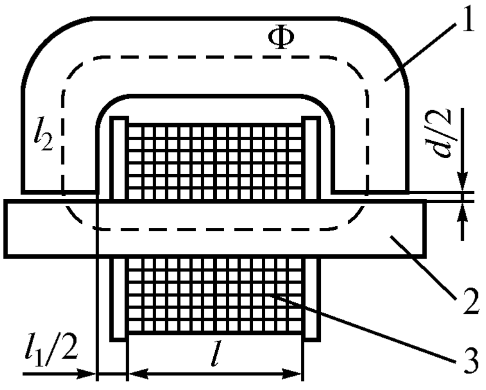



**Рис. 6.31. Схема устройства основного узла пермеаметра Гопкинсона: 1 – ярмо, 2 – образец, 3 – намагничивающая катушка**

*Пермеаметр Гопкинсона* отличается простотой конструкции. Стержневидный образец 2 прямоугольного сечения замыкается ярмом 1, имеющим форму скобы (рис. 6.31).

Обычно имеется вторая такая же половина ярма, расположенная с противоположной стороны образца. Измерительная (на рис. 6.31 не показана) и намагничивающая 3 катушки охватывают образец.

Для замкнутой магнитной цепи

$$\Phi = \frac{F}{\sum R_m} = \frac{W_{\text{н}} I}{\sum R_m}. \qquad (6.48)$$

Здесь $F = W_{\text{н}} I$ – магнитодвижущая «сила», где $W_{\text{н}}$ – число витков намагничивающей обмотки, $I$ – сила тока в ней, $R_m$ – магнитное сопротивление однородного участка цепи.

Магнитная цепь пермеаметра Гопкинсона состоит из следующих участков (см. рис. 6.31):

– часть образца длиной $l$, покрытая намагничивающей обмоткой (поперечное сечение образца $S$, магнитная проницаемость $\mu_{\text{а}}$);

– два участка образца между внутренними поверхностями ярма и концами намагничивающей обмотки общей длиной $l_1$;

– два воздушных зазора между образцом и ярмом общей толщиной $d$, сечением $S_1$;

– ярмо со средней длиной $l_2$, сечением $S_2$, магнитной проницаемостью $\mu_{\text{а}2}$.

При этом уравнение (6.48) приобретает вид

$$\Phi = \frac{W_{\text{н}} I}{\dfrac{l}{S\mu_{\text{а}}} + \dfrac{l_1}{S\mu_{\text{а}}} + \dfrac{d}{S_1} + \dfrac{l_2}{S_2\mu_{\text{а}2}}}. \qquad (6.49)$$

Так как $\Phi = BS$, а $B = \mu_{\text{а}} H$, то, вынеся в знаменателе правой части за скобки общий множитель $l/S\mu_{\text{а}}$, получим

$$H = \frac{W_{\text{н}} I}{l\left[1 + \dfrac{l_1}{l} + \dfrac{dS\mu_{\text{а}}}{S_1 l} + \dfrac{l_2 S\mu_{\text{а}}}{S_2\mu_{\text{а}2} l}\right]}. \qquad (6.50)$$

Выражение $W_{\text{н}} \cdot \text{I}/l$ представляет собой напряженность магнитного поля в центре длинного соленоида ($H_{\text{сол}}$). Тогда

$$H = H_{\text{сол}} \left[ 1 + \frac{l_1}{l} + \frac{dS\mu_{\text{а}}}{S_1 l} + \frac{l_2 S \mu_{\text{а}}}{S_2 \mu_{\text{а}2} l} \right]^{-1}. \quad (6.51)$$

Если сумма трех последних членов в скобках будет близка к нулю, то напряженность намагничивающего поля

$$H = H_{\text{сол}} = W_{\text{н}} \cdot I / l. \quad (6.52)$$

Для достижения последнего соотношения необходимо выполнить следующие условия:

– намагничивающая обмотка должна полностью покрывать образец между внутренними поверхностями ярма (то есть $l_1 \to 0$);

– ярмо должно быть плотно прижато к образцу ($d \to 0$);

– магнитная проницаемость ярма и площадь его поперечного сечения должны быть возможно бóльшими.

Намагничивающая и измерительная обмотки образца включаются в схему, приведенную на рис. 6.30. Методика построения основной кривой намагничивания и петли гистерезиса материала ничем не отличаются от вышеописанной методики построения названных кривых с применением кольцевого образца. Магнитную индукцию подсчитывают по формуле (6.43). При этом также необходимо вводить поправки на воздушный зазор между образцом и измерительной катушкой по формулам (6.46) и (6.47).

*Электродинамический пермеаметр, или аппарат Кепселя* работает по принципу действия магнитоэлектрических измерительных приборов. В ярме пермеаметра 1 (рис. 6.32), замыкающем магнитную цепь образца 2, имеется небольшой зазор, в котором размещена подвижная катушка (рамка 5), жестко связанная со стрелкой. Намагничивающая катушка 3 и компенсационные катушки 4 соединены последовательно и навстречу так, что создаваемые ими магнитные потоки направлены противоположно. Эти катушки питаются от источника постоянного тока, направление которого можно изменять, а силу регулировать в широких пределах. Подвижная катушка 5 питается от отдельного слаботочного источника, также позволяющего изменять направление и силу тока.

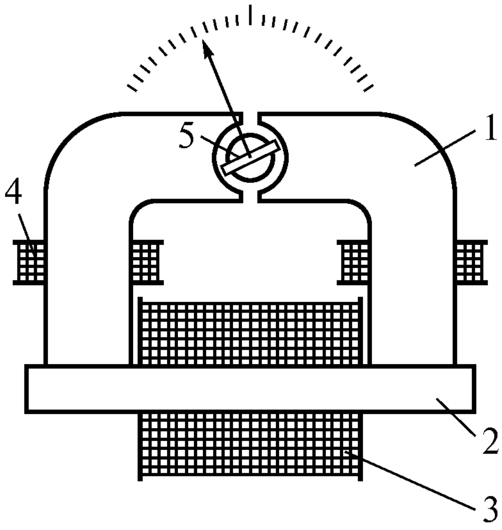


**Рис. 6.32. Схема устройства электродинамического пермеаметра**

Если в пермеаметр установлен образец, а по намагничивающей катушке 3, компенсационным катушкам 4 и рамке 5 протекают токи, то на рамку действует вращающий момент

$M_{\text{вр}} = k_1 \Phi i$, где $k_1$ – постоянная; $\Phi$ – магнитный поток в зазоре ярма, создаваемый образцом; $i$ – сила тока в рамке.

При отклонении рамки от исходного положения (при $\Phi = 0$) возникает противодействующий момент, создаваемый спиральными пружинками, $M_{\text{пр}} = k_2 \alpha$ ($k_2$ – постоянная, $\alpha$ – угол поворота рамки). Движение рамки прекратится, когда $M_{\text{вр}} = M_{\text{пр}}$. Учитывая, что $\Phi = BS$, где $B$ – индукция образца, $S$ – площадь его поперечного сечения, получаем $k_1 BSi = k_2 \alpha$, то есть показания настроенного пермеаметра с установленным образцом пропорциональны индукции последнего

$$B = k_{\text{п}} \alpha . \tag{6.53}$$

Здесь $k_{\text{п}}$ – постоянная пермеаметра, равная $k_2 / k_1 \cdot S \cdot i$. Следовательно, шкала пермеаметра может быть проградуирована в единицах индукции. Если применяют образцы с различной площадью поперечного сечения $S$, то для сохранения градуировки необходимо соблюдать условие

$$Si = \text{const}, \tag{6.54}$$

где $i$ – сила тока в подвижной рамке. Произведение $Si$ обычно выбирают таким, чтобы наибольшее отклонение стрелки пермеаметра соответствовало индукции образца 2 Тл.

Магнитная цепь аппарата Кепселя является частично замкнутой, так как ярмо содержит воздушный зазор, необходимый для размещения рамки измерителя индукции. Вследствие этого измеренные магнитные параметры несколько отличаются от их истинных значений, определяемых на кольцевых образцах. Для устранения этой погрешности производят градуировку шкалы пермеаметра по образцу, для материала которого известна основная кривая намагничивания.

На показания электродинамического пермеаметра может влиять магнитное поле Земли. Для уменьшения этого влияния пермеаметр без образца и с разомкнутой цепью намагничивания устанавливают так, чтобы плоскость рамки 5 на рис. 6.32 была перпендикулярна плоскости магнитного меридиана.

Перед построением основной кривой намагничивания образец должен быть размагничен. Установив его в пермеаметр, задают небольшой намагничивающий ток и отсчитывают индукцию образца. Последовательно увеличивая намагничивающий ток небольшими ступенями, и всякий раз, регистрируя соответствующее значение индукции, получают основную кривую.

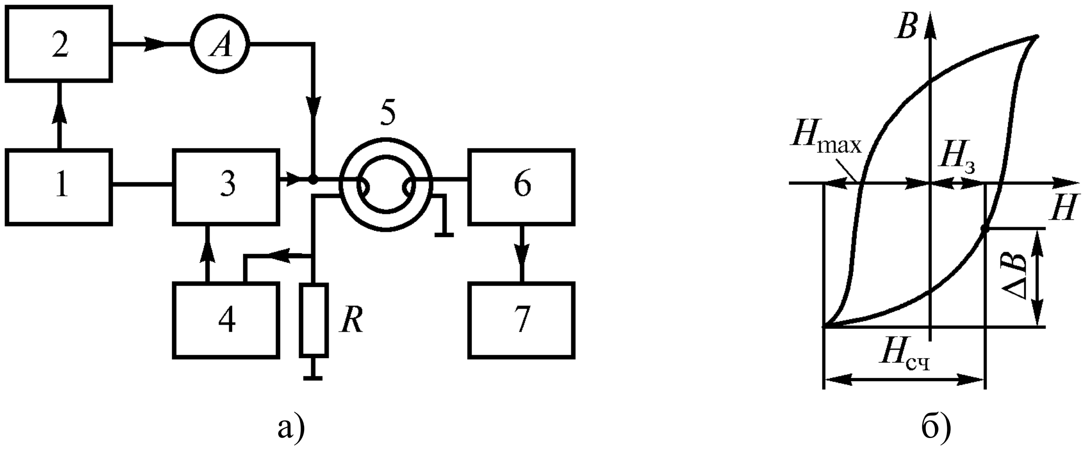
Перед построением петли гистерезиса проводят магнитную тренировку образца при максимальном намагничивающем токе, несколько раз изменяя его направление. Уменьшая намагничивающий ток от максимального значения до нуля небольшими ступенями и, записывая соответствую-

щие каждому новому значению тока показания прибора, получают часть петли гистерезиса от $B_{\max}$ до $B_r$. Участок петли $B_r \ldots - H_c \ldots - B_{\max}$ получают, изменив направление намагничивающего тока и ступенчато повышая его до наибольшего значения. Аналогичным путем может быть построена вторая половина петли гистерезиса.

### 6.5.4. Автоматизированные установки для измерения статических магнитных параметров материалов

Автоматизированные установки целесообразно применять при большом объеме измерений на однотипных образцах. Их применяют на заводах, производящих материалы с заданными магнитными свойствами, а также в исследовательских учреждениях, занятых совершенствованием известных и разработкой новых магнитных материалов. В металлофизических исследованиях конструкционных материалов определение их статических магнитных параметров обычно не является самоцелью, а служит дополнительным средством изучения особенностей структурных и фазовых превращений. В таких исследованиях чаще всего применяют более простые неавтоматизированные установки.

*Установки с импульсным режимом измерений* применяют для определения магнитных параметров миниатюрных образцов с малым временем перемагничивания (доли микросекунды) и малым магнитным потоком ($10^{-8} \ldots 10^{-12}$ Вб) (рис. 6.33).




а) б)

**Рис. 6.33. Функциональная схема установки с импульсным режимом измерений (а) и схема, иллюстрирующая принцип действия установки (б): 1 – устройство управления; 2 – источник постоянного тока записи; 3 – генератор импульсного тока считывания; 4 – регулятор импульсного тока; 5 – образец; 6 – импульсный интегратор; 7 – регистрирующий прибор**

Магнитное состояние образца, соответствующее точкам восходящей ветви гистерезиса (рис. 6.33,б), устанавливается источником постоянного тока 2. Генератор импульсного тока 3 служит для быстрого перемагничи-

вания образца в состояние с максимальным магнитным потоком. Постоянство $H_{max}$ при изменении поля записи $H_з$ обеспечивается регулятором амплитуды импульсного тока 4, управляемым падением напряжения на резисторе $R$. Блоки 6 и 7 служат для измерения изменений магнитного потока (погрешность измерений не более 5 %).

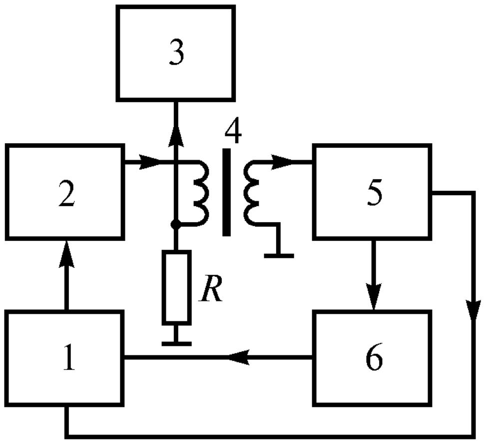



**Рис. 6.34. Функциональная схема установки со ступенчатым режимом измерений: 1 – блок управления; 2 – источник намагничивающего тока; 3 – двухкоординатный самопишущий прибор; 4 – образец; 5 – измеритель магнитного потока; 6 – дифференцирующий нуль-орган**

*Установки со ступенчатым режимом измерений* (рис. 6.34) отличаются малой погрешностью.

Источник намагничивающего тока 2, управляемый блоком 1, получающим команды от дифференцирующего нуль-органа 6, создает ступенчато изменяющееся магнитное поле, намагничивающее образец 4. Измерительная обмотка образца соединена с измерителем магнитного потока 5. Сигналы, пропорциональные полю и индукции образца, подаются на входы регистрирующего прибора 3, вычерчивающего петлю гистерезиса материала образца. Ступенчатое изменение намагничивающего поля и индукции образца отображается на крутых участках петли гистерезиса.

*Установки, реализующие индукционно-непрерывный метод измерений*, подразделяют на следующие группы:

– с простыми формами изменения напряженности намагничивающего поля;

– с настраиваемой программой изменения напряженности поля;

– с автоматически вырабатываемой программой изменения напряженности намагничивающего поля.

Программируемые установки обеспечивают автоматическое выполнение условия $d\Phi/d\tau = \text{const}$, что сокращает длительность измерений и повышает их точность.

### 6.5.5. Измерение коэрцитивной силы и остаточной индукции

В практике магнитных измерений далеко не всегда требуется определение всей совокупности магнитных параметров материала. Например, при контроле качества изделий на машиностроительных предприятиях нередко прибегают к косвенной оценке микроструктуры и, следовательно, механических свойств, измеряя какой-либо структурно-чувствительный магнитный параметр. Чаще всего в таких случаях измеряют коэрцитивную силу. Для

этой цели применяют специальные приборы – коэрцитиметры. В зависимости от конструкции прибора измеряют коэрцитивную силу либо по намагниченности $H_{cM}$ , или $H_c$, либо по индукции $H_{cB}$ (см. раздел 6.3.2.).

При испытаниях магнитно-твердых материалов в разомкнутой магнитной цепи определение коэрцитивной силы по напряженности поля намагничивающего соленоида может приводить к заметному занижению ее значений. В таких случаях рекомендуется измерять тангенциальную составляющую магнитного поля у поверхности образца, применяя для этой цели индукционные катушки или датчики Холла.

*Коэрцитивную силу по намагниченности* измеряют в разомкнутой магнитной цепи. Универсальным методом, в равной мере пригодным для измерения малых и больших значений $H_c$, является метод сдергивания измерительной катушки (рис. 6.35). Для измерений пригодны образцы или изделия цилиндрического или призматического сечения, в том числе, короткие толстые.

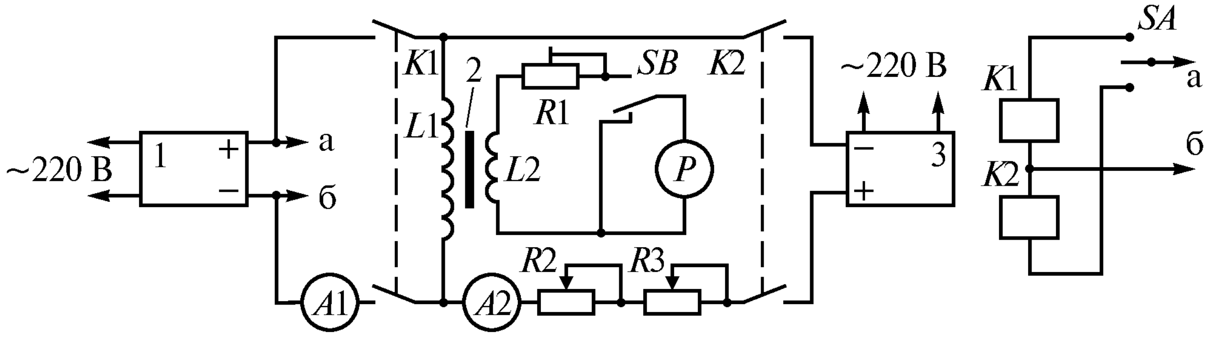



**Рис. 6.35. Принципиальная схема установки для определения коэрцитивной силы $H_c$ методом сбрасывания измерительной катушки: 1– источник намагничивающего тока; *L*1 – намагничивающий соленоид; 2 – образец; *L*2 – измерительная катушка; *P* – баллистический гальванометр; 3 – источник тока перемагничивания; *K*1, *K*2 – электромагнитные контакторы**

Образец намагничивают до насыщения в соленоиде *L*1, который должен иметь область однородности магнитного поля по напряженности не менее чем вдвое превышающую длину образца. Измерительная катушка *L*2, надетая на образец, соединена со штоком, позволяющим перемещать ее вдоль оси намагничивающего соленоида *L*1. Намагнитив образец, соленоид *L*1 подключают к источнику тока перемагничивания 3, установив небольшое его значение, и сдергивают (сбрасывают) катушку *L*2 с образца. Если при этом световой «зайчик» баллистического гальванометра *P* отклоняется, изменяют силу тока перемагничивания и вновь сдергивают измерительную катушку с образца, добиваясь неподвижности «зайчика» в момент сбрасывания катушки.

Необходимо иметь в виду, что если ток перемагничивания уменьшали, то вследствие необратимости процессов намагничивания перед сбрасыванием катушки L2 с образца последний должен вновь быть намагничен до насыщения, после чего включают ранее установленный ток перемагничивания и сбрасывают катушку с образца. При увеличении тока перемагничивания повторного намагничивания образца не требуется.

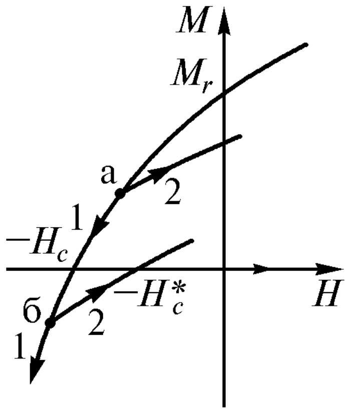



**Рис. 6.36. Схема изменения магнитного состояния образца при измерении коэрцитивной сил**

Сказанное иллюстрируется схемой, приведенной на рис. 6.36. Точки а, б – возможные варианты магнитного состояния образца при первом включении тока перемагничивания. 1 – изменение магнитного состояния образца при увеличении тока перемагничивания, 2 – тоже при уменьшении тока. Кажущееся значение коэрцитивной силы $H_c^*$, получаемое при уменьшении тока перемагничивания в случае «б», может оказаться значительно меньше ее истинного значения $H_c$.

В момент сбрасывания с образца измерительная катушка перемещается в области магнитного поля соленоида $L1$ неизменной величины, поэтому показания баллистического гальванометра пропорциональны намагниченности образца. Следовательно, рассмотренным методом определяется коэрцитивная сила по намагниченности. Вычисление коэрцитивной силы производится по формуле

$$H_c = ki, \qquad (6.55)$$

где $i$ – сила тока перемагничивания, соответствующая нулевому показанию баллистического гальванометра в момент сбрасывания баллистической катушки с образца; $k$ – постоянная соленоида $L1$, определяемая экспериментально.

*Коэрцитивная сила по индукции* определяется в замкнутой (почти замкнутой) магнитной цепи. Для этой цели часто применяют устройства, представляющие собой по существу малогабаритные упрощенные пермеаметры электродинамического типа (рис. 6.37).

Образец 1 и ярмо электромагнита 3 образуют почти замкнутую магнитную цепь. Неполнота замыкания цепи обусловлена зазором в ярме, необходимым для размещения подвижной рамки измерителя индукции. Катушки 2 и 6 служат для намагничивания и перемагничивания образца. Переключателем 7 катушки поочередно подключаются к источнику тока намагничивания 8 или перемагничивания 9. Намагнитив образец, в катушки 2 и 6 включают ток противоположного направления. Одновременно включают ток в рамку 4, расположенную в зазоре ярма. Взаимодействие маг-

нитного поля рамки с магнитным потоком в зазоре ярма вызывает поворот рамки. Движение рамки прекращается в момент достижения равенства магнитного вращающего и механического противодействующего моментов. Последний обусловлен закручиванием спиральных пружинок при повороте рамки. Увеличивая ток перемагничивания, добиваются возвращения рамки в исходное (нулевое) положение. Ток электромагнита, соответствующий последнему условию, пропорционален коэрцитивной силе по индукции.

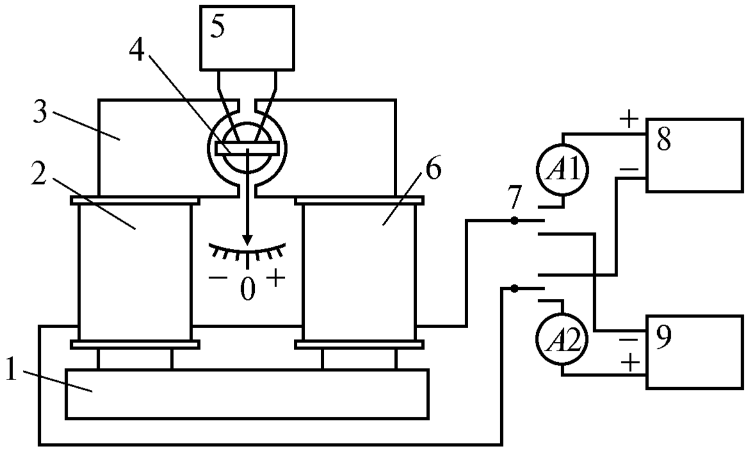



**Рис. 6.37. Схема устройства коэрцитиметра, измеряющего $H_{cB}$: 1 – образец или изделие; 2, 6 – намагничивающие катушки; 3 – ярмо, замыкающее магнитный поток образца; 4 – подвижная катушка (рамка) со стрелкой; 5 – источник тока рамки; 7 – переключатель; 8, 9 – источники тока намагничивания и перемагничивания образца соответственно**

Приборы рассмотренного типа широко применяются в производстве для относительного измерения коэрцитивной силы («больше–меньше») или для контроля качества продукции. В последнем случае необходимо иметь систему образцовых мер, с которыми сравнивают контролируемые изделия.

*Автоматическое измерение коэрцитивной силы* возможно различными методами. Рассмотрим принцип действия одной из автоматических установок, отличающийся своеобразной изящностью (рис. 6.38).

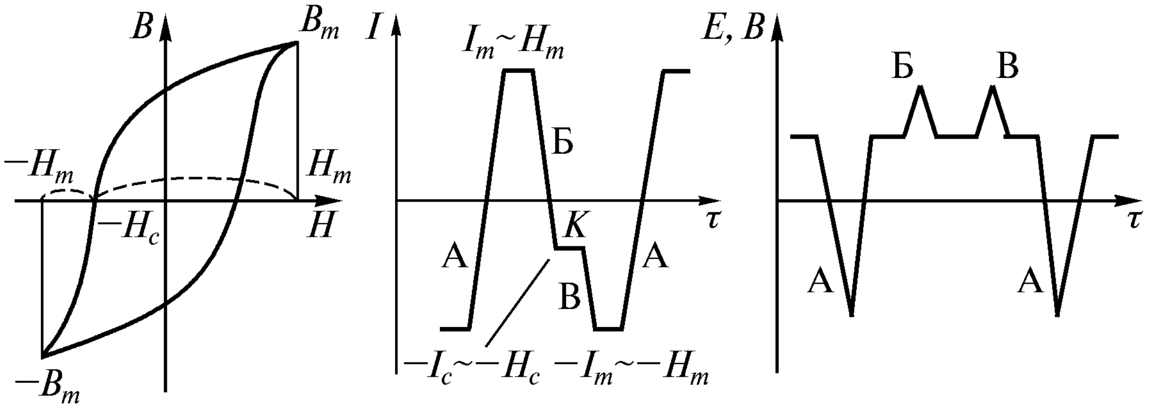



**Рис. 6.38. Схема, иллюстрирующая принцип автоматического измерения коэрцитивной силы: а – пределы изменения напряженности поля и индукции образца, соответствующие участкам петли гистерезиса $B_m$...$-H_c$ и $-H_c$...$-B_m$; б – изменения тока намагничивания катушки, пропорциональные необходимым изменениям напряженности поля; в –ЭДС во вторичной обмотке образца; А, Б и В – эквивалентные участки хронограмм намагничивающего тока и ЭДС на рис. б и в соответственно**

При изменении намагничивающего поля от $H_m$ до $-H_c$ и от $-H_c$ до $-H_m$ индукция образца по абсолютному значению изменяется на одну и ту же величину $B_m$ (рис. 6.38,а). Поэтому, если по намагничивающей обмотке образца пройдет ток, изменение которого от $I_m$ до $-I_c$ и от $-I_c$ до $-I_m$ происходит с одинаковой скоростью и пропорционально вышеуказанным пределам изменения напряженности поля (см. рис. 6.38,б), то во вторичной обмотке возникнет одинаковая ЭДС. Иначе говоря, высота пиков Б и В будет одинаковой (рис. 6.38,в), если уровень *K* на рис. 6.38,б соответствует $H_c$. Если амплитуды пиков Б и В не равны, смещением уровня *K* добиваются их равенства. По уровню *K*, соответствующему этому условию (то есть по величине тока, соответствующего уровню *K*), определяют коэрцитивную силу.

*Измерение остаточной индукции* может быть выполнено на установках, предназначенных для измерения коэрцитивной силы.

В случае использования установки, реализующей метод сбрасывания измерительной катушки, образец намагничивают до насыщения, выключают ток и сдергивают катушку с образца. При этом

$$B_r = \mu_0 M_r = K_N \frac{C_\delta R}{W S_{\text{об}}} \alpha . \tag{6.56}$$

Здесь $K_N$ – коэффициент, учитывающий действие размагничивающего поля образца, определяемый экспериментально. Остальные обозначения те же, что и в формуле (6.43).

Остаточную индукцию можно оценить, пользуясь коэрцитиметром для измерения $H_{cB}$, описанным выше. В этом случае после выключения намагничивающего тока стрелка прибора не возвращается в нулевое положение. По величине отклонения стрелки от нуля можно судить об остаточной индукции, проградуировав шкалу нуль-индикатора по образцам с известными значениями $B_r$.

## 6.6. Измерение магнитострикции

Измерение магнитострикции сводится к измерению весьма малых изменений длины образцов при их намагничивании. Наибольшее распространение получили следующие методы: механооптический, интерференционный, емкостный и тензометрический. Механооптический метод наиболее прост, тензометрический метод обладает рядом преимуществ.

Для изучения температурной зависимости магнитострикции в осевой канал намагничивающего устройства устанавливают миниатюрную электрическую печь или охлаждающее устройство.

### 6.6.1. Механооптический метод

Рассмотрим простейший вариант этого метода (рис. 6.39). Образец 2 в виде отрезка проволоки или тонкого стержня размещают на оси намагничивающего соленоида 3, установленного вертикально. Зажим 1 верхнего конца образца закреплен неподвижно, а нижний зажим 4 свободно висит на образце. Между стержнем нижнего зажима и вертикальной площадкой горизонтально расположена тонкая ось 5 с закрепленным на ней зеркальцем. Груз 6 обеспечивает прижим стержня 4 к оси 5. При магнитострикционном изменении длины образца нижний зажим опускается ($\lambda > 0$) или поднимается ($\lambda < 0$). Это вызывает небольшой поворот оси 5 с зеркальцем, от которого отражается луч света, испускаемый осветителем 7 (рис. 6.39,б), и попадает на шкалу 8. Из рис. 6.39,б очевидно, что при повороте зеркальца на угол $\varphi$ луч света перемещается на угол $2\varphi$.

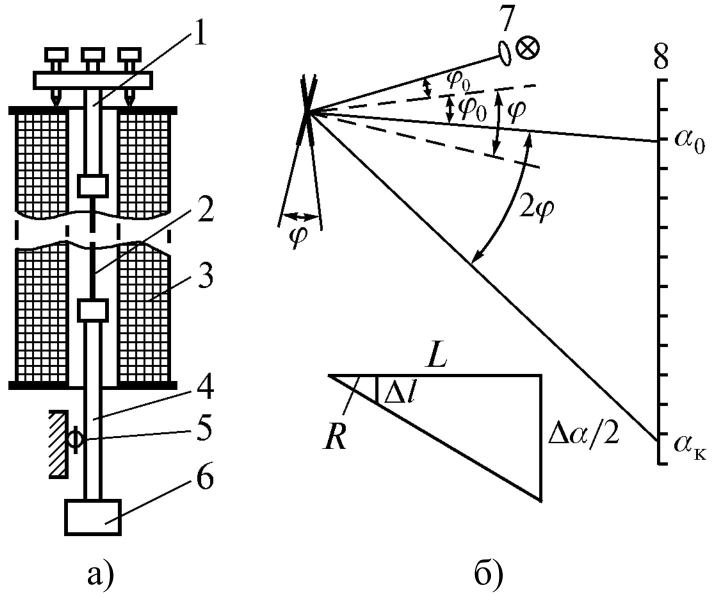



**Рис. 6.39. Схема установки для измерения магнитострикции механооптическим методом (а) и ход лучей при удлинении образца на величину $\Delta l$ (б)**

Если радиус оси зеркальца $R$, расстояние от зеркальца до шкалы $L$, изменение длины образца $\Delta l$, смещение «зайчика» по шкале $\alpha$, то

$$\frac{R}{L} = \frac{\Delta l}{\alpha/2}.$$

При начальной длине образца $l$ магнитострикция

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l} = \frac{R}{2Ll}\alpha. \qquad (6.57)$$

Механооптический метод позволяет измерять магнитострикцию порядка $10^{-6}$ с погрешностью около 4 %.

### 6.6.2. Тензометрический метод

Метод основан на измерении электрического сопротивления тензометрического датчика (тензорезистора) вследствие упругой деформации его при магнитострикционном изменении длины образца. Представление об устройстве многопетлевого тензодатчика дает рис. 6.40,а.

Рабочий датчик $R$ и термокомпенсационный датчик $R3$ наклеивают на образец. Датчик $R$ образован двумя последовательно включенными тензо-

резисторами, приклеиваемыми с противоположных сторон образца, что позволяет устранить погрешность от случайного изгиба последнего. Тензорезисторы $R2$, $R4$ не наклеивают на образец, а выносят на отдельную немагнитную плату.

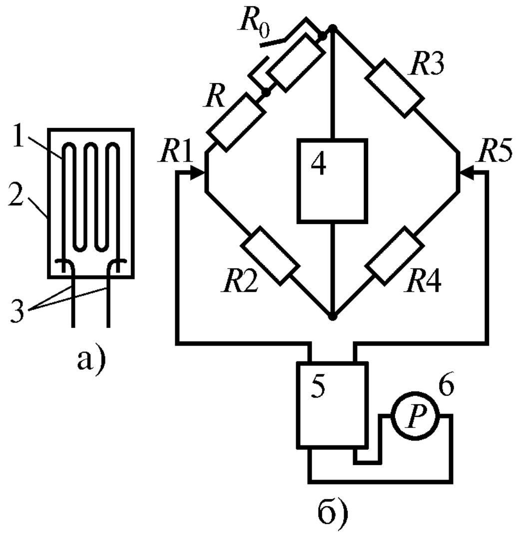



**Рис. 6.40. Конструкция многопетлевого тензодатчика (а) и электрическая схема моста для измерения магнитострикции (б):**

**а) 1 – тонкая высокоомная проволока или фольга, 2 – диэлектрическая основа, 3 – выводы;**

**б) $R1$, $R5$ – низкоомные резисторы для компенсации неравноплечности моста, $R_0$ – резистор для градуировки моста, $R$ – рабочий датчик, 4 – источник электрического питания, 5 – усилитель, 6 – измерительный прибор**

Тензометрический мост может работать как на переменном, так и на постоянном токе. В первом случае в качестве источника питания моста применяют электрический генератор звуковой частоты, а для усиления сигнала используют электронный усилитель переменного тока 5 с линейной амплитудной характеристикой. В случае питания моста постоянным током можно использовать фотоэлектрический усилитель.

Пусть $\alpha_0$ – показание измерительного прибора 6 моста (см. рис. 6.40,б) при включении градуировочного резистора $R_0$, $\alpha$ – показание прибора при увеличении сопротивления рабочего датчика $R$ на $\Delta R$ вследствие магнитострикционной деформации образца. Для мостовой схемы

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\alpha}{\alpha_0}. \qquad (6.58)$$

Основное свойство тензодатчика выражается соотношением

$$\frac{\Delta l}{l} = \frac{1}{k} \cdot \frac{\Delta R}{R}, \qquad (6.59)$$

где $k$ – тензочувствительность датчика. Умножив уравнение (6.58) на $R_0/kR$, и, сравнив полученное соотношение с формулой (6.59), найдем

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l} = \frac{\alpha R_0}{\alpha_0 k R}. \qquad (6.60)$$

Рассмотрим устройство и принцип действия фотоэлектрического усилителя, нередко применяемого и в других случаях (рис. 6.41). Существенной особенностью его является отсутствие гальванической связи между входом и выходом.

Первый осветитель 1 освещает оптическую решетку 2, представляющую собой чередующиеся узкие прозрачные и непрозрачные промежутки равной ширины. Свет, прошедший через решетку 2, отражается от зер-

кальца входного гальванометра 3, соединенного с тензометрическим мостом. Объектив 4 формирует изображение 5 решетки 2 на второй оптической решетке 6. Изображение 5 перед началом измерений смещено по отношению к решетке 6 на половину ширины полос. При этом через решетку 6 проходит половина максимально возможного светового потока, определяющая начальное положение светового «зайчика» на шкале. Магнитострикционное изменение длины образца с тензодатчиками приводит к повороту зеркальца гальванометра 3, что вызывает изменение освещенности фотоэлемента 7 и, в конечном счете, смещение «зайчика» вдоль шкалы 10.

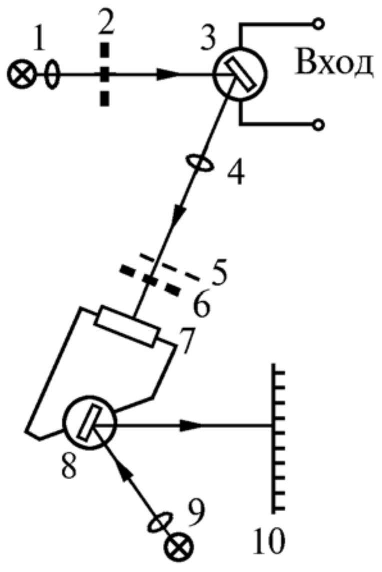



**Рис. 6.41. Схема устройства однокаскадного фотоэлектрического усилителя: 8 – выходной гальванометр; 9 – осветитель**

В двухкаскадном фотоэлектрическом усилителе выходной гальванометр первого каскада является входным гальванометром второго каскада, аналогичного первому. Двухкаскадный усилитель имеет коэффициент усиления 1500…2000.

## 6.7. Магнитные свойства ферромагнитных металлов и сплавов

Магнитные свойства ферромагнитных материалов при нормальных условиях зависят от их химического состава, способа изготовления и термической обработки. Кроме того, магнитные свойства зависят от температуры и напряженного состояния.

Намагниченность насыщения $M_s$ и точка Кюри $T_c$, или $\theta$ не зависят от структуры при неизменном химическом и фазовом составе, то есть не зависят от размера зерна, дисперсности, формы и характера распределения фаз в объеме сплава, от плотности дефектов кристаллического строения, а также практически не зависят от напряженного состояния. Следовательно, намагниченность насыщения и точка Кюри являются структурно-нечувствительными свойствами.

Магнитная проницаемость, коэрцитивная сила, потери на гистерезис более других свойств зависят от структуры и даже от небольшого изменения содержания примесей. Эти характеристики входят в группу структурно-чувствительных свойств. Наиболее существенно на магнитные свойства влияют примеси, образующие твердые растворы внедрения или дисперсные фазы.

В зависимости от соотношения магнитных параметров все магнитные материалы делятся на две группы: магнитно-мягкие, обладающие высокой магнитной проницаемостью и малой коэрцитивной силой, то есть имею-

щие узкую петлю гистерезиса, и магнитно-твердые, отличающиеся большими значениями коэрцитивной силы, сравнительно невысокой магнитной проницаемостью и имеющие широкую петлю гистерезиса. Магнитно-мягкие материалы (МММ) применяют в качестве проводников магнитного потока (магнитопроводов), а магнитно-твердые (МТМ) – для постоянных магнитов.

### 6.7.1. Температурная зависимость статических магнитных параметров

Основная кривая намагничивания существенно изменяется с повышением температуры: резкий подъем кривой наблюдается при меньших значениях напряженности намагничивающего поля, уменьшается индукция, соответствующая насыщению (рис. 6.42).

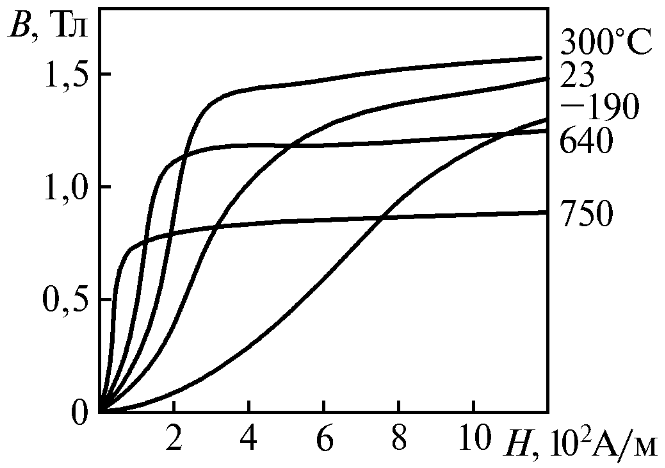



**Рис. 6.42. Кривые намагничивания железа при различных температурах (приближенно)**

Такое изменение кривых намагничивания означает возрастание магнитной проницаемости, как начальной, так и максимальной. Поле, которому соответствует $\mu_{max}$, по порядку величины равно $H_c$.

Максимальная и остаточная индукция, коэрцитивная сила и потери на гистерезис снижаются с повышением температуры (рис. 6.43). Исключением является лишь небольшое возрастание $B_r$ в интервале от –200 до 20 °С.

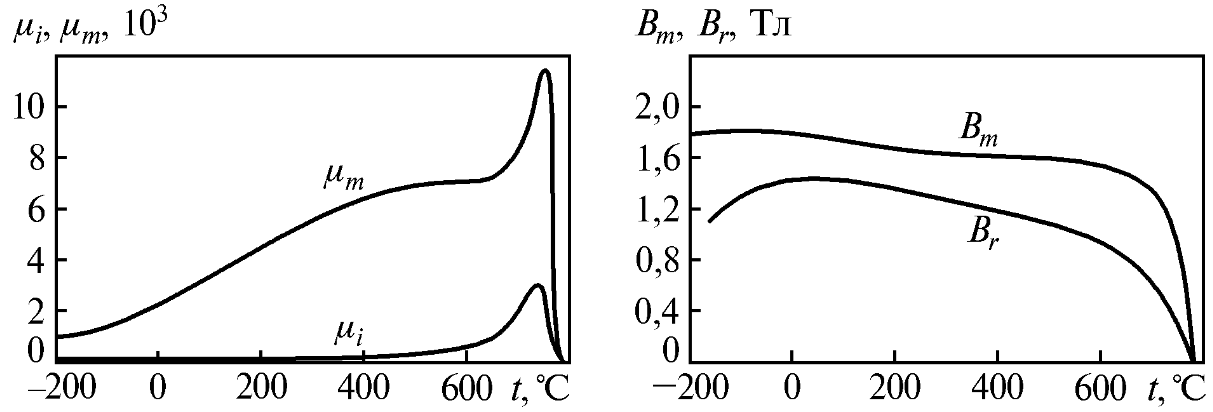



**Рис.6.43. Температурная зависимость статических магнитных параметров железа**

Температурная зависимость магнитной проницаемости существенно изменяется с напряженностью поля. Максимумы начальной и максимальной проницаемости вблизи температуры Кюри (см. рис. 6.43) обусловлены низкой магнитной анизотропией при высоких температурах. При 500 °С, когда намагниченность насыщения еще мало отличается от ее значения при 20 °С, постоянная $K_1$ уже мала (рис. 6.44). Так как константа $K_1$ характеризует разность работ намагничивания в легчайшем и в заданном направлениях, то ее уменьшение означает облегчение намагничивания в направлениях, отличных от легчайшего. Этому соответствует возрастание магнитной проницаемости.

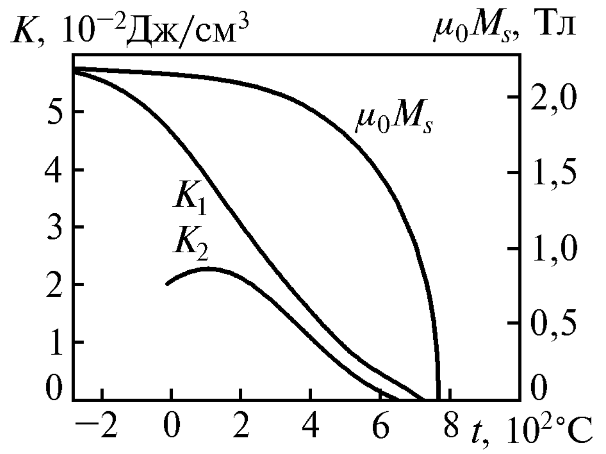



**Рис. 6.44. Температурная зависимость намагниченности насыщения и констант магнитной анизотропии $K_1$ и $K_2$**

Температурная зависимость индукции также определяется напряженностью магнитного поля (рис. 6.45). В сильных полях температурные изменения индукции обратимы. Переход от ферромагнитного к парамагнитному состоянию происходит плавно, постепенно, что приводит к некоторой неопределенности точки Кюри. Это привело к разработке различных методов ее определения.

*Метод термодинамических коэффициентов* считается наиболее правильным. Экспериментально определяется удельная намагниченность (намагниченность 1 г вещества) $\sigma = \sigma_s + \sigma_i$, где $\sigma_s$ – удельная самопроизвольная намагниченность, $\sigma_i$ – удельная истинная намагниченность, вызванная наложением поля $H$ (намагниченность парапроцесса).

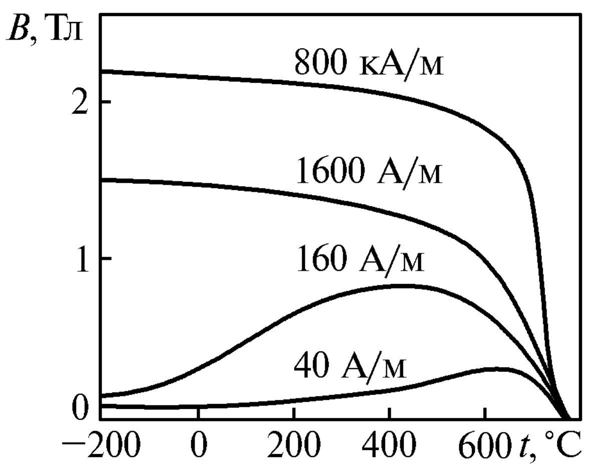



**Рис. 6.45. Влияние напряженности магнитного поля (числа у кривых) на температурную зависимость индукции железа**

Истинное намагничивание вблизи точки Кюри описывается уравнением

$$\alpha(\sigma_s + \sigma_i) + \beta(\sigma_s + \sigma_i)^3 = H. \qquad (6.61)$$

Здесь $\alpha$ и $\beta$ – термодинамические коэффициенты, зависящие от давления и температуры. Точка Кюри определяется условиями: $\sigma_s = 0$, $\alpha = 0$. Коэффициент $\alpha$ в точке Кюри меняет знак: при $T < T_c$ $\alpha < 0$, а при $T > T_c$ $\alpha > 0$.

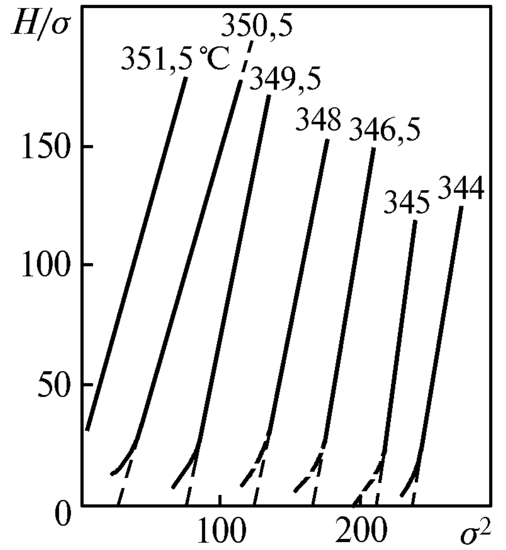



**Рис. 6.46. Определение термодинамических коэффициентов для электролитического никеля по зависимости $H/\sigma$ от $\sigma^2$**

Следовательно, зная зависимость $\alpha(T)$, можно определить точку Кюри из условия $\alpha = 0$.

Коэффициенты $\alpha$ и $\beta$ в уравнении (6.61) можно найти только экспериментально, используя зависимость $H/\sigma$ от $\sigma^2$ (рис. 6.46). Значения $\alpha$ находят из отрезков, отсекаемых прямыми $H/\sigma(\sigma^2)$ на оси ординат, значения $\beta$ определяются углом наклона прямых к оси абсцисс.

На рис. 6.47 точка Кюри никеля найдена как температура, при которой самопроизвольная намагниченность $\sigma_s$ (или $M_s$), определенная по методу термодинамических коэффициентов, обращается в нуль. Этому соответствует температура, при которой $\alpha = 0$.

*Методы, основанные на аномалиях температурной зависимости «немагнитных» физических характеристик.* Температурная зависимость «немагнитных» физических характеристик более или менее резко изменяется вблизи точки Кюри: на кривых «свойство–температура» появляются экстремальные точки или точки перегиба (см. рис. 6.47). Иногда температуру, соответствующую такой точке, рассматривают как температуру Кюри. Во многих случаях температура аномальной точки оказывается ниже истинной точки Кюри, определенной методом термодинамических коэффициентов. Например, точка перегиба кривой

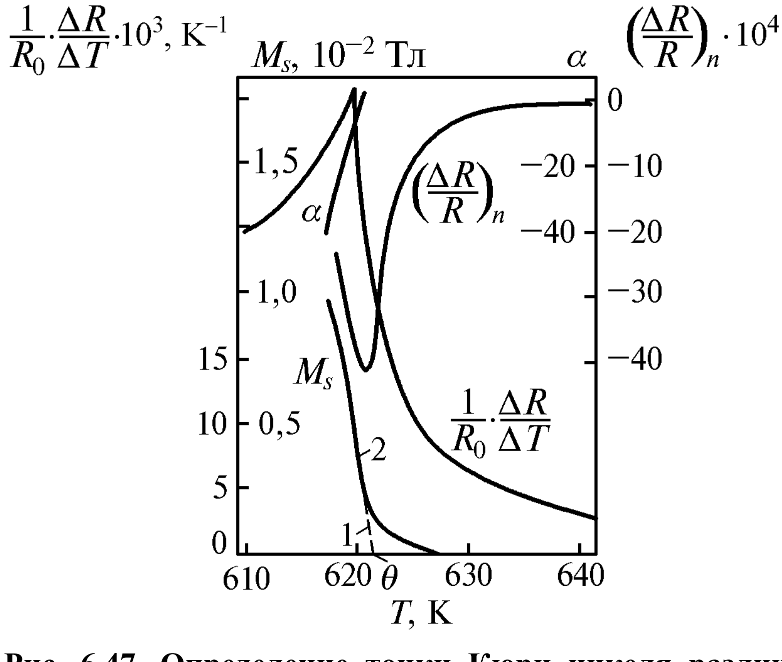



**Рис. 6.47. Определение точки Кюри никеля различными методами: $M_s$ – самопроизвольная намагниченность: 1 – определенная методом термодинамических коэффициентов; 2 – по гальваномагнитному эффекту парапроцесса; $(1/R_0)\cdot(\Delta R/\Delta T)$ – температурный коэффициент электрического сопротивления; $(\Delta R/R)_n$ – гальваномагнитный эффект, обусловленный парапроцессом; $\alpha$ – термодинамический коэффициент**

$\frac{1}{R_0}\cdot\frac{\Delta R}{\Delta T}(T)$ и минимум кривой $\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_n(T)$ сплава, содержащего 38 % никеля и 62 % железа, лежат в области температур, где еще сохраняется значительная остаточная намагниченность (рис. 6.48).

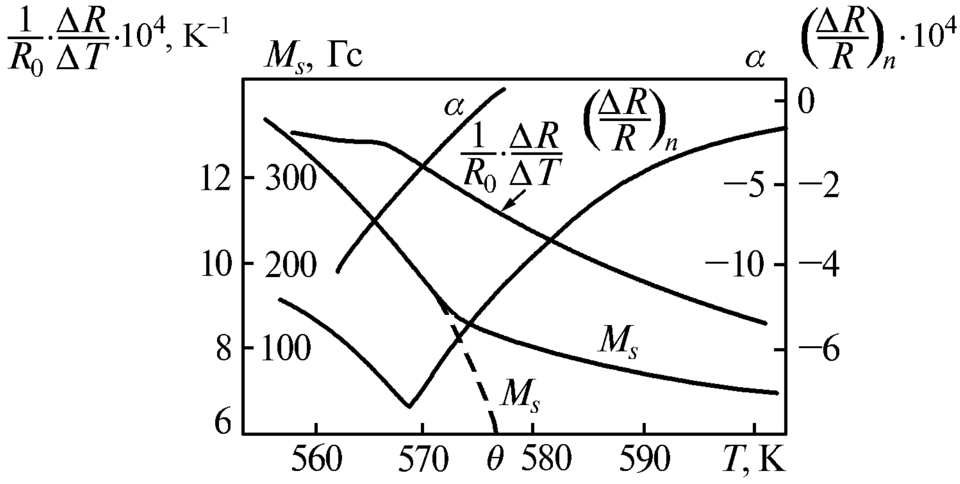



**Рис. 6.48. Определение точки Кюри сплава, содержащего 38% никеля и 62% железа. Обозначения те же, что и на рис. 6.47**

Из рис. 6.47, 6.48 следует, что выше температуры Кюри, определенной из условия $\alpha = 0$, подавляющая часть объема ферромагнетика находится в парамагнитном состоянии. Ферромагнетизм выше этой температуры сохраняют лишь небольшие участки – остатки самопроизвольной намагниченности, или «хвосты». Основная причина существования таких «хвостов» ферромагнетизма сплавов – существование флуктуаций концентрации.

Определение точки Кюри по температурной зависимости магнитной проницаемости также сопряжено с погрешностями, обусловленными влиянием парапроцесса в слабых полях и наличием «хвостов» самопроизвольной намагниченности сплавов. Нельзя определять точку Кюри по температурным зависимостям остаточной индукции и коэрцитивной силы. Эти характеристики могут сохранять заметные значения при температурах несколько выше точки Кюри (влияние «хвостов»).

*Температурная зависимость намагниченности насыщения* в относительных координатах $M_s(T)/M_s(0\,\text{К}) - T/\theta$, где $M_s(0\,\text{К})$ – намагниченность насыщения при 0 К, $\theta$ – температура Кюри, для всех ферромагнетиков выражается близко расположенными кривыми и часто представляется одной универсальной кривой (рис. 6.49).

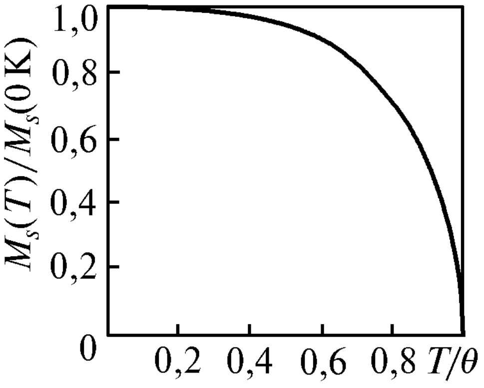



**Рис. 6.49. Универсальная температурная зависимость намагниченности ферромагнетиков**

При низких температурах $M_s/M_s(0\,\mathrm{K}) = 1 - \alpha T^{3/2}$, где α зависит от типа решетки и обменной энергии (теория Блоха). Вблизи температуры Кюри $M_S(T)/M_SO = \beta(1 - T/\theta)^{0,5}$ (теория Вейсса). Значение $\beta$ в большинстве случаев находится в пределах 1,5…2,0, но для никеля $\beta$ = 2,24 , для железа $\beta$ = 2,07.

Сведения о зависимости намагниченности ферримагнетиков от температуры приведены в разделе 6.1.6.

### 6.7.2. Концентрационная зависимость статических магнитных параметров ферромагнитных сплавов

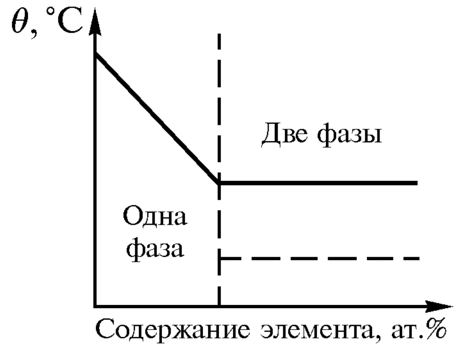



**Рис. 6.50. Схема концентрационной зависимости температуры Кюри**

*Температура Кюри* в общем случае изменяется в соответствии со схемой, приведенной на рис. 6.50. В двухфазной области точка Кюри постоянна, так как химический состав фаз не зависит от содержания элемента в сплаве. Если обе фазы ферромагнитны, то им соответствуют две температуры Кюри. Точка Кюри второй ферромагнитной фазы показана штриховой линией на рис. 6.50.

Температура Кюри железа и никеля понижается при добавлении большей части химических элементов (рис. 6.51).

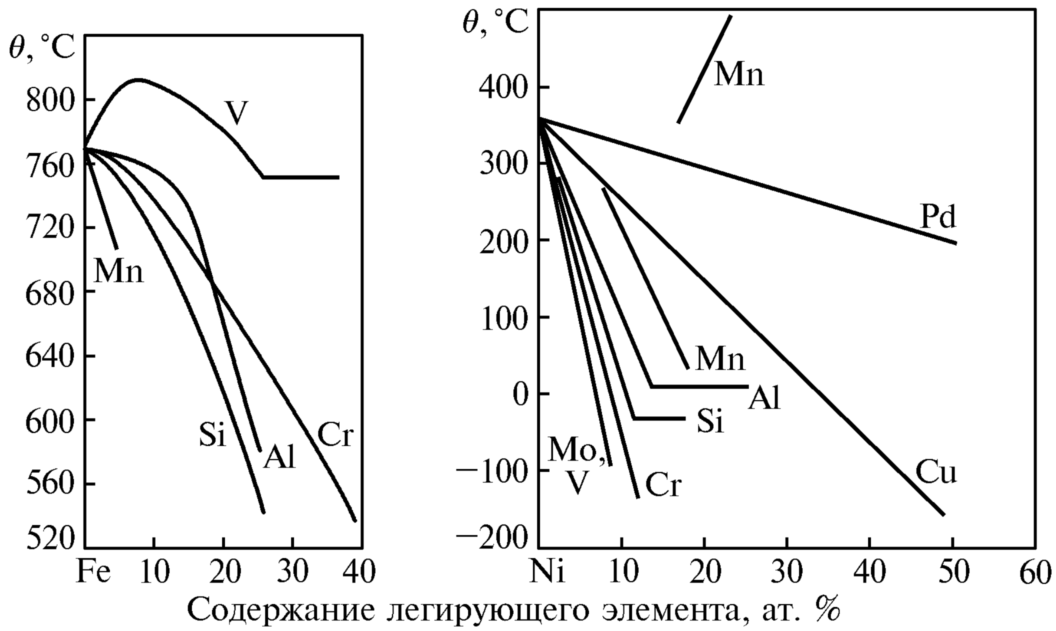



**Рис. 6.51. Влияние легирующих элементов на температуру Кюри сплавов железа и никеля**

Снижение точки Кюри сплавов никеля является линейной функцией атомной концентрации многих элементов. Более сложная концентрационная зависимость температуры Кюри сплавов железа обусловлена значительной незаполненностью 3*d*-слоя электронных оболочек атомов железа, а также образованием упорядоченных фаз и соединений.

Влияние некоторых химических элементов на концентрационную зависимость температуры Кюри, например, ванадия, существенно различно в сплавах с железом и никелем.

Отметим некоторые особые случаи (рис. 6.52).

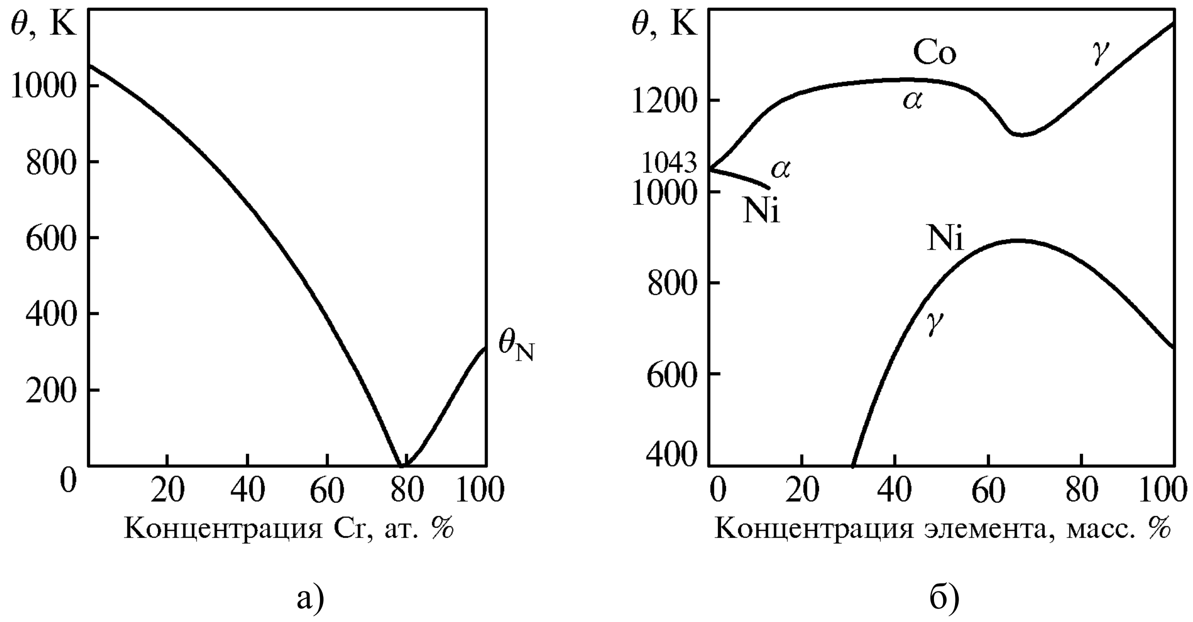



**Рис. 6.52. Концентрационная зависимость температуры Кюри сплавов Fe–Cr (а,) и Fe—Ni , Fe—Co (б)**

Растворение антиферромагнитного хрома в железе снижает температуру Кюри, а растворение железа в хроме снижает точку Нееля (см. раздел 6.1.5).

Заметим, что рис. 6.52 не отображает существования $\sigma$-фазы и двух $\alpha$-растворов хрома в железе различной концентрации. Приведенная зависимость $\theta(\%\,\mathrm{Cr})$ может соответствовать неравновесным состояниям, полученным быстрым охлаждением от температур существования однофазной $\alpha$-области.

В сплавах железа с никелем ферромагнитны обе фазы – $\alpha$- и $\gamma$-твердые растворы, что осложняет концентрационную зависимость температуры Кюри (см. рис. 6.52,б).

Кобальт имеет очень высокую температуру Кюри – от 1115 до 1331 °С по разным источникам, поэтому в сплавах Fe–Co точка Кюри линейно повышается до концентрации, соответствующей температуре $\alpha \to \gamma$ превра-

щения (см. рис. 6.52,б). Наоборот, растворение железа в кобальте снижает $T_c$ $\alpha$-раствора (также линейно) до точки $\gamma \to \alpha$ превращения. В промежуточной области концентраций $\alpha$-сплавы Fe–Co сохраняют ферромагнетизм до исчезновения $\alpha$-фазы при нагреве.

Температура Кюри двухкомпонентного неупорядоченного твердого раствора может быть рассчитана на основе обменного взаимодействия (теория Гейзенберга–Блоха–Вонсовского)

$$\theta = \frac{Z}{2K}\left(C_{\mathrm{A}}^2 A_{\mathrm{AA}} + C_{\mathrm{B}}^2 A_{\mathrm{BB}} + 2C_{\mathrm{A}} C_{\mathrm{B}} A_{\mathrm{AB}}\right), \qquad (6.62)$$

здесь $Z$ – координационное число; $K$ – постоянная Больцмана; $C_{\mathrm{A}}$, $C_{\mathrm{B}}$ – концентрации компонентов; $A_{\mathrm{AA}}$, $A_{\mathrm{BB}}$, $A_{\mathrm{AB}}$ – обменные интегралы взаимодействия атомов А-А, В-В, А-В соответственно. Расчеты для твердых растворов на основе железа и никеля хорошо согласуются с экспериментальными данными.

*Магнитная проницаемость*, как и другие структурно-чувствительные свойства, определяется процессами намагничивания, то есть изменениями доменной структуры при намагничивании. Если исключить структурные факторы, то для достижения высокой магнитной проницаемости необходимо иметь возможно меньшие значения константы магнитной анизотропии $K_1$ и магнитострикции $\lambda_s$. Обе константы зависят от химического состава и термической обработки, но эти зависимости различны в разных сплавах. Поэтому для концентрационной зависимости магнитной проницаемости трудно предложить общую схему, в связи с чем ниже рассмотрены некоторые частные случаи, важные в практическом отношении.

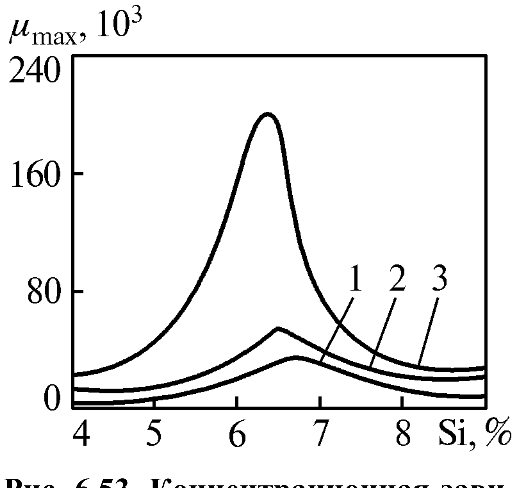



**Рис. 6.53. Концентрационная зависимость максимальной магнитной проницаемости сплавов железа с кремнием: 1 – отжиг при 1000 °С; 2 – отжиг при 1300 °С в водороде; 3 – отжиг при 1300 °С в водороде с охлаждением в магнитном поле**

Сплавы железа с кремнием имеют пик магнитной проницаемости при содержании кремния около 6,5 %. Значения $\mu_{max}$ очень существенно зависят от режима термической обработки (рис. 6.53).

Кроме того, кремний значительно повышает удельное электрическое сопротивление (в 2,5 раза при увеличении его содержания от одного до четырех процентов), что снижает потери на вихревые токи при работе магнитопровода в переменных магнитных полях. Кремнистые стали, содержащие более 2,5 % Si и менее 0,01 % С, относятся к ферритному классу, имеют крупное зерно. Кремний способствует снижению содержания углерода в

$\alpha$-растворе и облегчает графитизацию цементита. Все это снижает коэрцитивную силу и уменьшает потери на гистерезис.

Перечисленные свойства обеспечили применение железокремнистых сплавов в качестве электротехнических материалов – для сердечников трансформаторов и электрических машин (электродвигателей, генераторов тока).

С увеличением содержания кремния в сплавах с железом снижается индукция насыщения, уменьшается пластичность и повышается температура вязко-хрупкого перехода. Последнее не позволяет использовать сплавы с 6,5 % Si, обладающие максимальной проницаемостью, поэтому содержание кремния в электротехнических сталях не превосходит 4,0 или 4,8 % при изготовлении их методом холодной или горячей прокатки соответственно.

В системе «железо–кобальт» константа $K_1$ переходит через нуль вблизи 45 % кобальта и наблюдается три максимума магнитной проницаемости (рис. 6.54). Наивысшие значения начальной и максимальной магнитной проницаемости достигаются в сплаве с 50 % Co (пермендюр). Этот сплав одновременно обладает максимальной индукцией насыщения – большей, чем у железа (2,45 Тл). Высокие магнитные свойства пермендюра достигаются отжигом при 850 °С, в результате которого сплав находится в упорядоченном состоянии. Упорядочение магнитно-мягких сплавов других систем может приводить к снижению магнитной проницаемости (например, вследствие стабилизации междоменных границ при одноосном направленном упорядочении).

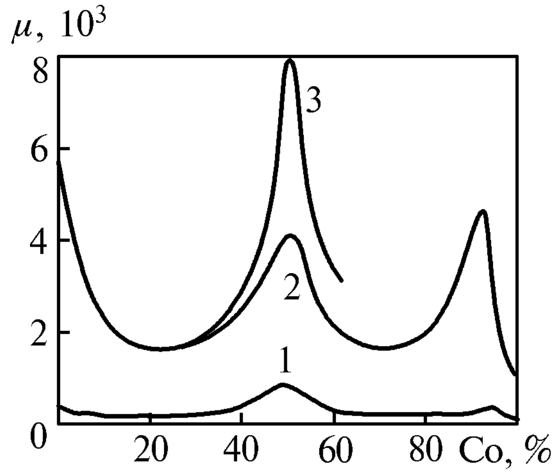



**Рис. 6.54. Начальная и максимальная магнитная проницаемость сплавов Fe–Co: 1 – начальная проницаемость $\mu_i$; 2 – $\mu_{max}$ после отжига при 1000 °С; 3 – $\mu_{max}$ после отжига при 850 °С**

Для улучшения технологических характеристик и повышения электрического сопротивления сплавы Fe–50% Co легируют ванадием (1,5…2,0 %), а сплавы с меньшим содержанием кобальта – хромом (0,5…0,7 %). При этом не только улучшаются магнитные характеристики, но и повышается прочность.

Отжиг сплавов, легированных хромом, должен проводится в водороде или в вакууме для удаления углерода и предотвращения связывания хрома в карбиды, что привело бы к снижению электрического сопротивления и повышению коэрцитивной силы.

Сплавы с содержанием кобальта около 50 % применяют для магнитопроводов, полюсных наконечников электромагнитов и других изделий.

Наивысшие значения магнитной проницаемости получены на железоникелевых сплавах – пермаллоях. Концентрационная зависимость $\mu_{max}$ определяется соотношением констант магнитного состояния $K_1$, $\lambda_s$ и $K_и$ (константа индуцированной анизотропии, возникающей при направленном упорядочении) (рис. 6.55), зависимостью этих констант от химического состава, влияния степени анизотропного упорядочения на $K_1$ и индуцированием одноосной анизотропии (локальной или макроскопической). Для достижения наиболее высоких значений магнитной проницаемости необходимо иметь низкие значения констант магнитного состояния сплава.

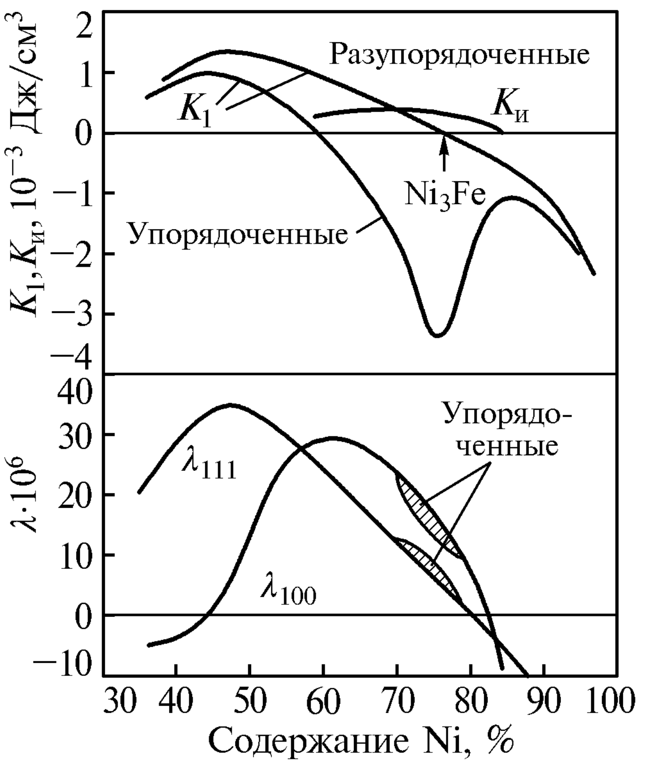



**Рис. 6.55. Концентрационная зависимость констант магнитного состояния железоникелевых сплавов**

Переход $K_1$ через нуль происходит при различном содержании никеля в зависимости от режима термической обработки, изменяющей константы $K_1$ и $\lambda_s$. Изменение знака $K_1$ сопровождается изменением направления легкого намагничивания: если $K_1 > 0$, то направление легкого намагничивания $\langle 100 \rangle$, а при $K_1 < 0$ – $\langle 111 \rangle$. Обращение в нуль констант магнитострикции $\lambda_{\langle 100 \rangle}$ и $\lambda_{\langle 111 \rangle}$ происходит соответственно при содержании никеля 45,0 и 79,5 % (см. рис. 6.55).

Влияние режимов термической обработки на константы магнитного состояния и максимальную проницаемость сплавов обусловлено изменением степени упорядочения $\gamma$-раствора и в наибольшей мере проявляется в сплавах с 70…80 % никеля, имеющих наиболее высокую точку Курнакова. Максимум проницаемости достигается при 78 % никеля в результате двойной термической обработки: отжиг при 900…950 °С в течение 1 часа, охлаждение со скоростью не выше 100 °/ч, нагрев до 600 °С и охлаждение со скоростью 25 °/ч или отжиг при 900…950 °С, охлаждение до 600 °С со скоростью 100 °/ч, далее – со скоростью 25 °/ч.

Наивысшие значения $\mu_{max}$ достигаются в результате термомагнитной обработки (ТМО), заключающейся в медленном охлаждении в магнитном

поле сплавов, содержащих 65…68 % никеля (рис. 6.56). Непременным условием эффективности ТМО является высокая температура Кюри сплава. Это обеспечивает снятие магнитострикционных напряжений. Напряженность магнитного поля при ТМО должна быть достаточной для намагничивания сплава до насыщения (не менее 120 А/м).

Кроме высоких значений $\mu_{max}$, ТМО формирует прямоугольную петлю гистерезиса вдоль направления поля при обработке сплава. Влияние ТМО на магнитные свойства обусловлено процессами направленного упорядочения (рис. 6.57).

Упрощение термической обработки с одновременным улучшением магнитных свойств пермаллоев достигается легированием молибденом, хромом, медью, алюминием и кобальтом.

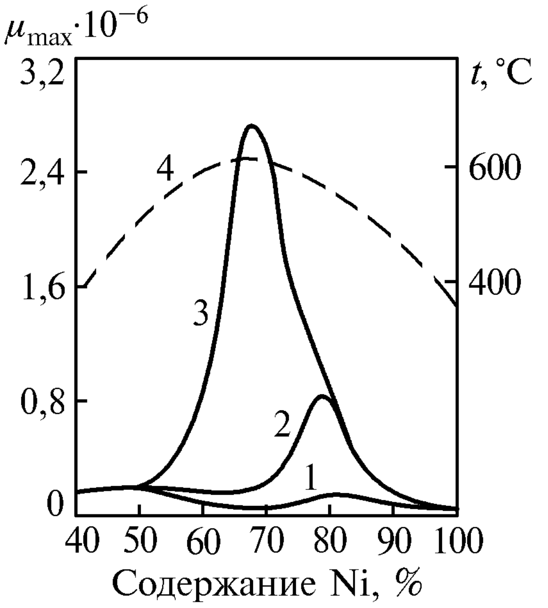



**Рис. 6.56. Влияние химического состава и режима термической обработки на железоникелевые сплавы: 1 – медленное охлаждение от 650 °С; 2 – ускоренное охлаждение ниже 650 °С; 3 – медленное охлаждение в продольном магнитном поле; 4 – температура Кюри**

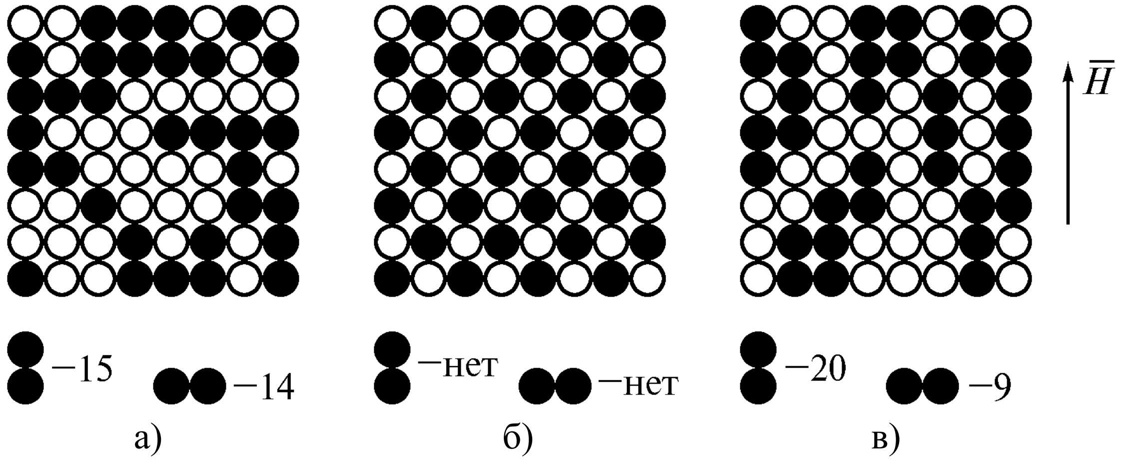



**Рис. 6.57. Распределение атомов компонентов в твердом растворе: а – неупорядоченное состояние, б – изотропный дальний порядок, в – направленное упорядочение ($\overline{H}$ – направление магнитного поля при ТМО); 15, 14, 20 и 9 – число пар атомов с определенной ориентировкой**

*Намагниченность насыщения* сплавов железа обычно убывает с повышением концентрации второго элемента (рис. 6.58). В двухфазной области $M_s$ (или $B_s$) изменяется по прямой, соединяющей намагниченности фаз (закон аддитивности). Если вторая фаза немагнитна, то намагничен-

**Рис. 6.58. Схема концентрационной зависимости намагниченности насыщения**

ность сплава убывает до нуля с приближением к границе области гомогенности немагнитной фазы.

Простое, закономерное изменение намагниченности наблюдается при растворении в ферромагнетике диамагнитных элементов. Например, медь, цинк, алюминий, кремний, сурьма, растворяясь в никеле, отдают соответственно от одного до пяти валентных электронов на атом, которые переходят на незаполненную $3d$-полосу никеля, ослабляя его ферромагнетизм.

При растворении в ферромагнетике другого ферромагнетика или переходного парамагнетика наблюдаются сложные зависимости $M_s$ от концентрации. В этом случае имеет значение сумма $s$+$d$ электронов на атом растворенного элемента. Намагниченность насыщения таких сплавов расчету не поддается.

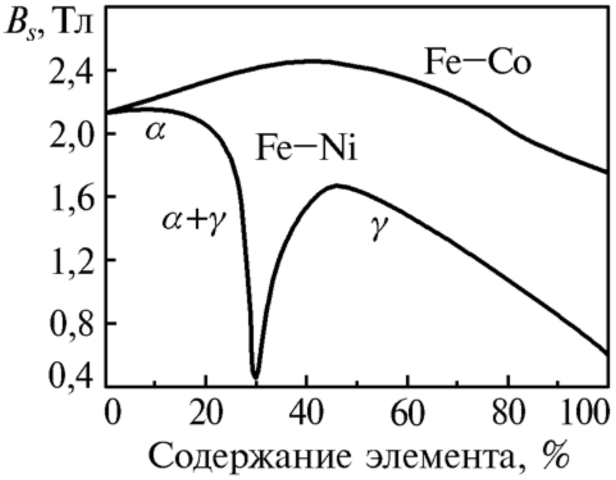



**Рис. 6.59. Индукция насыщения сплавов железа с кобальтом и никелем**

Кобальт – единственный элемент, заметно повышающий намагниченность насыщения сплавов с железом (рис. 6.59). Повышение намагниченности при небольших содержаниях иридия, родия и платины практического значения не имеет.

Концентрационная зависимость $B_s$ железоникелевых сплавов обусловлена ферромагнетизмом $\alpha$- и $\gamma$-твердых растворов (см. рис. 6.59). Глубокий минимум $B_s$ при ~30 % никеля связан с быстрым возрастанием количества слабомагнитного или парамагнитного (при меньших содержаниях никеля) аустенита.

*Коэрцитивная сила* – структурно-чувствительная характеристика – может незначительно изменяться при образовании твердых растворов замещения. В двухфазной области $H_c$ быстро возрастает (рис. 6.60). Максимум коэрцитивной силы в железоникелевых сплавах при 22…25 % никеля обусловлен появлением остаточного аустенита, парамагнитного при комнатной температуре.

При образовании твердых растворов внедрения коэрцитивная сила резко возрастает.

Влияние неферромагнитных частиц на коэрцитивную силу обусловлено возникновением на них вторичной доменной структуры, или доменной субструктуры – шлейфов (рис. 6.61). При росте домена А в сторону домена Б шлейф удлиняется и граничная энергия возрастает на величину $\gamma d\Delta x$, где $\gamma = K_1\delta$ ($\delta$ – толщина междоменной границы), $d$ – размер включения, $\Delta x$ – смещение границы между доменами А и Б. При условии $K_1$ □ $\lambda_s\sigma \approx \lambda_s M_s$ ($\sigma$ – спонтанная намагниченность) и если $\delta$ □ $d$, то, согласно теории Кондорского

$$H_c = \frac{\gamma}{2\mu_0 M_s d}\alpha^{2/3}, \qquad (6.63)$$

где $\alpha$ – объемная доля включений (обычно равна 0,01…0,1).

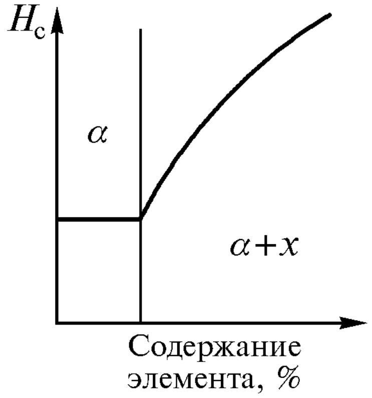



**Рис. 6.60. Схема концентрационной зависимости коэрцитивной силы в сплавах с ограниченной растворимостью (раствор замещения)**

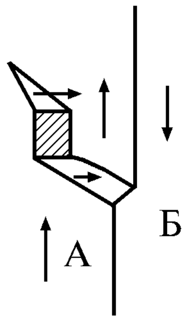



**Рис. 6.61. Доменная субструктура у неферромагнитного включения**

Влияние напряжений на коэрцитивную силу существенно при условии $K_1$ □ $\lambda_s\sigma_i$ ($\sigma_i$ – внутреннее напряжение). Для расчета принята модель распределения внутренних напряжений, приведенная на рис. 6.62. Если $l$ □ $\delta$, то

$$H_c \approx \frac{\lambda_s\Delta\sigma}{2\mu_0 M_s}\cdot\frac{l}{\delta}. \qquad (6.64)$$

Если же $l$ □ $\delta$, то

$$H_c \approx \frac{\lambda_s\Delta\sigma}{2\mu_0 M_s}\cdot\frac{\delta}{l}. \qquad (6.65)$$

Наивысшая коэрцитивная сила достигается при $l = \delta$

$$H_{c_{\max}} \approx \frac{3\lambda_s\sigma_i}{2\mu_0 M_s}. \qquad (6.66)$$

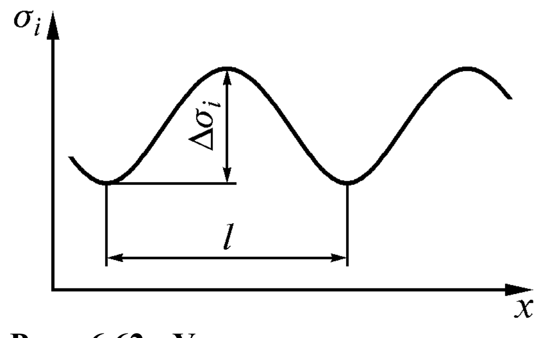



**Рис. 6.62. Упрощенная схема распределения внутренних напряжений при линейно-напряженном состоянии**

Если микронапряжения очень велики и локализованы в малых объемах, то последние, имея низкую магнитную проницаемость, могут рассматриваться как немагнитные включения и, следовательно, должны повышать коэрцитивную силу.

В рассмотренных выше случаях перемагничивание материала осуществляется путем роста зародышей перемагничивания и смещения междоменных границ. В ферромагнетиках, состоящих из однодоменных частиц, разделенных немагнитной матрицей, возникновение зародышей перемагничивания невозможно, исключены и процессы смещения, так как междоменных границ не существует. Такие материалы перемагничиваются путем вращения векторов намагниченности однодоменных частиц. В теории Е.И. Кондорского максимально возможная коэрцитивная сила однодоменной частицы, совершенно изолированной в магнитном отношении,

$$H_{\max} = M_s(N_R - N_a) + 2\frac{K}{\mu_0 \cdot M_s}. \qquad (6.67)$$

Здесь $N_R$, $N_a$ – коэффициенты размагничивания вдоль поперечной и продольной осей частицы соответственно; $K$ – константа анизотропии, учитывающая кристаллическую и магнитоупругую энергию. Это предельное значение коэрцитивной силы никогда не достигается, так как между частицами всегда существует магнитное взаимодействие.

## 6.8. Исследование фазовых превращений и структурных изменений магнитными методами

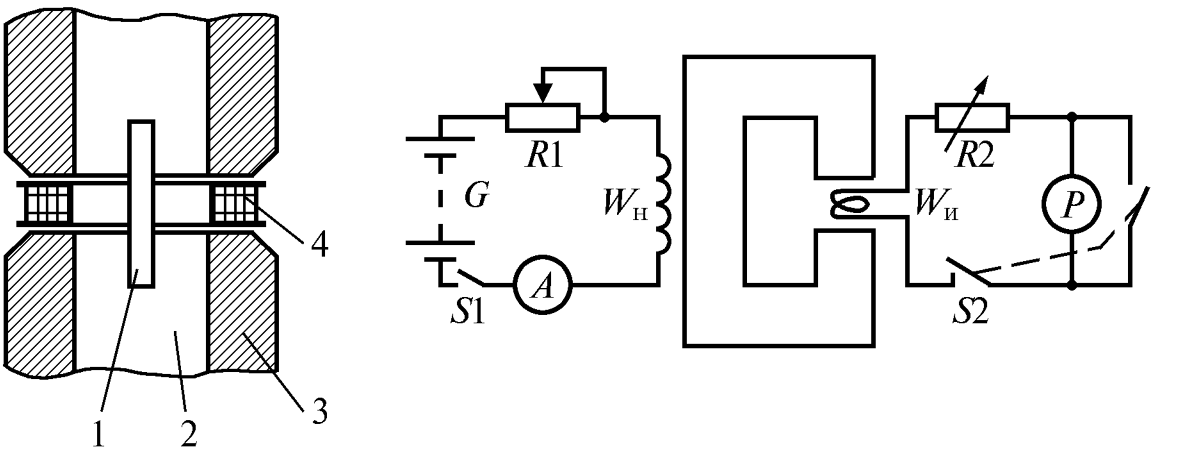
Измерение магнитных параметров материалов нередко используется как метод исследования фазовых превращений и структурных изменений при нагреве и охлаждении ферромагнитных металлов и сплавов, а также при других воздействиях на них.

### 6.8.1. Аппаратура для исследования фазовых превращений и структурных изменений магнитными методами

Установки, используемые в металлофизических исследованиях, не связанных с изучением магнитных явлений и свойств материалов, обычно приспособлены для измерения какого-либо одного магнитного параметра в широком интервале температур или степеней пластической деформации. Ниже рассмотрены методы и установки, получившие наиболее широкое применение.

*Метод Штеблейна. Баллистический магнитометр Д.С. Штейнберга – В.И. Зюзина.* Методом Штеблейна измеряют намагниченность стержневого образца $\mu_0 M$. В магнитометре Д.С. Штейнберга – В.И. Зюзина (рис. 6.63)

образец 1 диаметром 2…4 мм и длиной 30…50 мм вводят через осевой канал 2 полюсных наконечников 3 электромагнита в измерительную катушку 4, расположенную в межполюсном пространстве. Образец находится в измерительной катушке в течение длительности эксперимента и извлекается из нее только на время, необходимое для измерения намагниченности. В осевом канале электромагнита размещена миниатюрная электрическая печь для нагрева образца. Для предотвращения нагрева измерительной катушки и электромагнита в осевом канале установлен холодильник, представляющий собой две коаксиальные трубки из немагнитного материала, между которыми протекает вода. Оси канала в полюсных наконечниках, холодильника, печи и образца совпадают. Печь может быть заменена устройством для охлаждения образца.




а) б)

**Рис. 6.63. Магнитометр Д.С. Штейнберга – В.И. Зюзина. Размещение образца в межполюсном пространстве электромагнита (а) и упрощенная электрическая схема магнитометра (б): *G* – батарея аккумуляторов, $R_1$ – реостат для регулирования тока намагничивания, *A* – амперметр, $W_н$ – намагничивающая катушка, $W_и$ – измерительная катушка, *S*1 – выключатель питания $W_н$, *P* – баллистический гальванометр или микровеберметр, *S*2 – переключатель «измерение–успокоение».**

Показания $\alpha$ баллистического гальванометра *P* пропорциональны намагниченности образца:

$$\alpha = k\mu_0 M\,. \tag{6.68}$$

В реальных конструкциях магнитометров магнитное поле в зазоре сердечника неоднородно вследствие наличия канала в полюсных наконечниках, поэтому неоднородно и намагничивание образца.

Если пренебречь неоднородностью намагничивания части образца, равной высоте измерительной катушки, то показание баллистического гальванометра (или микровеберметра) определяется уменьшением магнитного потока, обусловленным удалением образца, и сопутствующим уменьшением напряженности поля в зазоре:

$$\alpha = k_1 \left[ \left(1 - N' - N''\right) \mu_0 M S_o + \left(H_1 - H_2\right)\left(S_к - S_o\right) \right]. \qquad (6.69)$$

Здесь $k_1$ – постоянная магнитометра; $N'$ – коэффициент размагничивания, обусловленный формой и размерами образца; $N''$ – «внутренний» коэффициент размагничивания, зависящий от структуры; $\mu_0 M$ – намагниченность образца, Тл; $S_о$ – площадь поперечного сечения образца; $H_1$ и $H_2$ – среднее значение напряженности поля в зазоре с образцом и без образца соответственно; $S_к$ – площадь среднего витка измерительной катушки.

В общем случае установить зависимость $\alpha(\mu_0 M)$ не удается, так как трудно найти зависимости $N'$, $N''$, $H_1$ от напряженности поля и фазового состава образца. В случае одной ферромагнитной фазы $\alpha(\mu_0 M)$ легко находится экспериментально. Для этой цели удобно воспользоваться образцами, спрессованными из железных и медных опилок с различным их содержанием. Показания магнитометра при каждом количестве железа в образце зависят от напряженности поля в зазоре электромагнита (рис. 6.64).

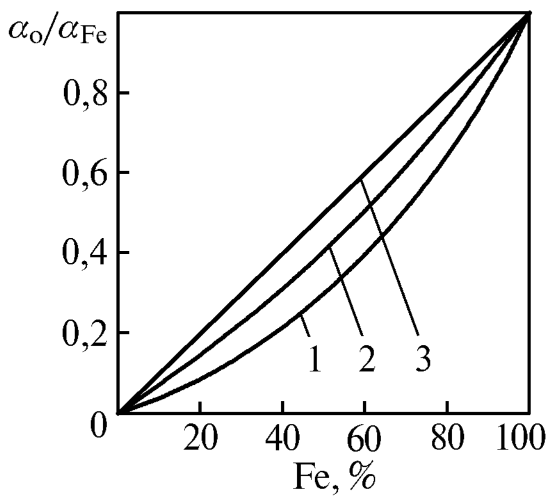



**Рис. 6.64. Намагниченность образцов, спрессованных из железа и меди, в магнитных полях различной напряженности: 1 – 32, 2 – 183, 3 – более 640 кА/м**

Зависимость $\alpha_0(\%\text{Fe})$, близкая к прямолинейной, получается в полях, начиная с ~400 кА/м. В полях $H \geq 640$ кА/м все образцы намагничиваются до насыщения и тогда

$$\alpha_0 = \frac{P_{Fe}}{100}\alpha_{Fe} = k_2 P_{Fe}, \qquad (6.70)$$

здесь $\alpha_0$ – показание магнитометра для образца, содержащего $P$ % железа, $\alpha_{Fe}$ – показания для железного образца. Следовательно, для достижения линейности шкалы магнитометра образцы необходимо намагничивать до насыщения. Учитывая последнее, сравним уравнения (6.68) и (6.69). Допустим, что

$$H_1 - H_2 = A P_{Fe}, \qquad (6.71)$$

где $A$ – постоянная величина. Так как намагниченность насыщения образца, содержащего $P_{Fe}$ процентов железа

$$\mu_0 M_s = \frac{P_{Fe}}{100}\mu_0 M_{s_{Fe}}, \qquad (6.72)$$

где $M_{s_{Fe}}$ – намагниченность насыщения железного образца, то

$$P_{\text{Fe}} = 100\frac{\mu_0 M_s}{\mu_0 M_{s_{\text{Fe}}}}. \tag{6.73}$$

С учетом (6.71) и (6.73) уравнение (6.69) приобретает вид

$$\alpha = k_1\left[\left(1 - N' - N''\right)S_{\text{o}} + \frac{100A}{M_{s_{\text{Fe}}}}\left(S_{\text{к}} - S_{\text{o}}\right)\right]\mu_0 M_s. \tag{6.74}$$

Если

$$k = k_1\left[\left(1 - N' - N''\right)S_{\text{o}} + \frac{100A}{M_{s_{\text{Fe}}}}(S_{\text{к}} - S_{\text{o}})\right] \tag{6.75}$$

постоянная величина, то уравнения (6.68) и (6.69) совпадают.

Постоянную магнитометра $k$ можно определить по любому однофазному образцу с известной намагниченностью, например, по железному:

$$k = \frac{\alpha_{\text{Fe}}}{\mu_0 M_{s_{\text{Fe}}}}. \tag{6.76}$$

Это позволяет пользоваться уравнением (6.68).

Рассмотренные выше баллистические магнитометры обладают существенным недостатком: их быстродействие невелико и определяется периодом свободных колебаний рамки баллистического гальванометра. Практически длительность одного измерения оказывается не менее 10…15 с, что не позволяет применять такие магнитометры для исследования быстропротекающих процессов. Применение микровеберметра вместо баллистического гальванометра ослабляет указанный недостаток, но не устраняет его.

*Анизометрами, или дипольными магнитометрами* называют приборы, основанные на взаимодействии намагниченного цилиндрического образца – магнитного диполя – с однородным магнитным полем. Анизометры позволяют непрерывно регистрировать изменяющуюся намагниченность образца и, следовательно, обладают повышенным быстродействием по сравнению с вышерассмотренным магнитометром Д.С. Штейнберга – В.И. Зюзина.

В анизометре конструкции Н.С. Акулова (рис. 6.65) образец 2 закрепляют в измерительной головке, содержащей упругую ленточку 4 в системе подвески образца и отсчетное устройство, состоящее из осветителя 5, зеркальца 3, барабана с фотобумагой 6 и шкалы. Образец находится в зазоре железного сердечника 1 электромагнита под некоторым углом к вектору напряженности магнитного поля. При вращении барабана с фотобумагой с постоянной скоростью получается магнитограмма «намагниченность образца – время».

Анизометр снабжен устройствами для нагрева и охлаждения образца, не показанными на рис. 6.65.

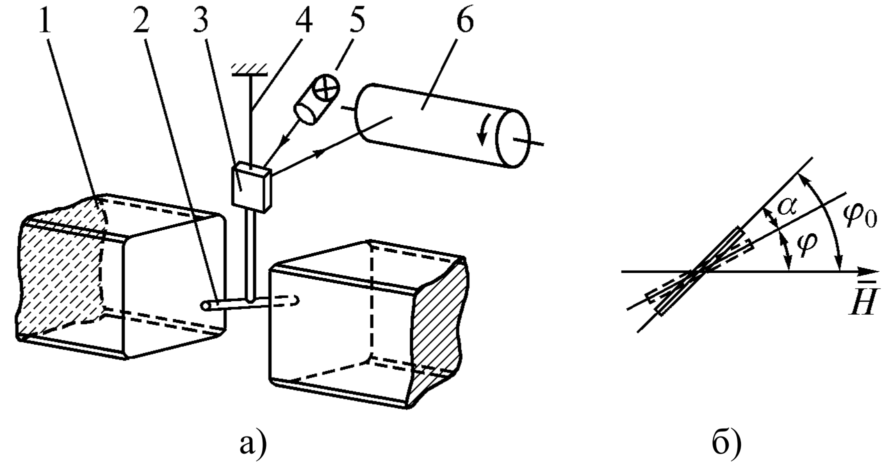



**Рис. 6.65. Упрощенная схема устройства дипольного магнитометра (а) и изменение положения образца в магнитном поле при увеличении намагниченности (б)**

Рассмотрим случай, когда намагниченность образца возрастает в процессе измерений от нуля до некоторой величины $M$, например, в результате превращения переохлажденного аустенита. Намагниченный образец, находящийся в аустенитном состоянии, установлен под углом $\varphi_0$ к направлению поля в зазоре электромагнита (рис. 6.65,б). При распаде аустенита появляется ферромагнитная $\alpha$-фаза, образец намагничивается и под действием крутящего момента со стороны магнитного поля поворачивается в направлении приближения оси образца к вектору поля. Закручивание упругой ленты подвеса вызывает появление противодействующего механического момента. Во время равновесия этих моментов образец оказывается под углом $\varphi$ к полю

$$MVH\sin\varphi = C\alpha. \tag{6.77}$$

В этом уравнении $M$ и $V$ – намагниченность образца и его объем, $H$ – напряженность магнитного поля в зазоре, $C$ – упругая постоянная нити подвеса, $\alpha$ – угол поворота образца. Отсюда следует

$$M = \frac{C}{VH\sin\varphi}\alpha. \tag{6.78}$$

Соотношение (6.77) справедливо при условии $\alpha \ll \varphi_0$. Погрешность при вычислении $M$ по уравнению (6.78) составляет около 5 % (при $H \approx 400$ кА/м) и может иметь разный знак в зависимости от количества магнитной фазы в образце.

При необходимости более точных измерений следует учитывать, что образец обладает продольным и поперечным размагничивающими коэффициентами, а его намагниченность при неизменной структуре зависит от угла между продольной осью и вектором поля. С учетом сказанного

$$\alpha = \frac{VH\Delta N\varphi_0 M^2}{VH\Delta NM^2 + C\Delta NM + CH}. \qquad (6.79)$$

Здесь $\Delta N$ – разность значений поперечного и продольного коэффициентов размагничивания. Сложность этого выражения делает нерациональным его применение для решения задач фазового анализа. Обычно используют приближенное соотношение (6.78).

*Дифференциальный магнитометр* предназначен для непрерывной регистрации процессов, сопровождающихся изменением намагниченности образца. В отличие от анизометра, образец в дифференциальном магнитометре неподвижен и его продольная ось совпадает с направлением магнитного поля.

Железный сердечник 2 электромагнита магнитометра (рис. 6.66) состоит из двух одинаковых Ш-образных половин с осевыми каналами в крайних стержнях, несущих намагничивающие катушки 4.

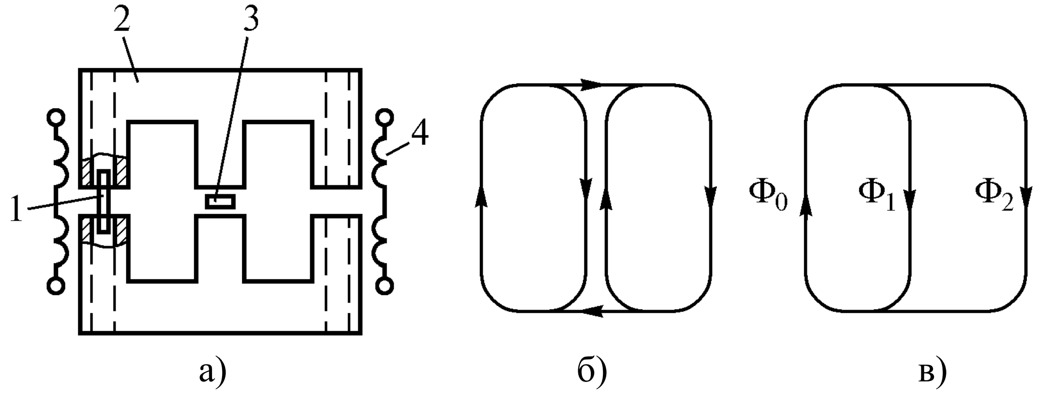



**Рис. 6.66. Схема устройства дифференциального магнитометра (а), распределение магнитного потока без образца (б) и потока образца (в)**

Цилиндрический образец 1 располагается в одном из осевых каналов так, что его середина совпадает с серединой воздушного зазора сердечника. Магнитные потоки намагничивающих катушек суммируются. Части магнитных потоков, создаваемых катушками в каждом из крайних стержней сердечника, ответвляются в средний стержень, где их направления противоположны. При геометрической и магнитной симметричности электромагнита относительно вертикальной плоскости, проходящей через средний стержень, результирующий магнитный поток в нем равен нулю. Магнитный поток образца также распределяется между крайним и средним стержнями (см. рис. 6.66,в), причем бóльшая часть $\Phi_1$ потока образца $\Phi_0$ проходит через средний стержень, в зазоре которого размещен датчик 3 напряженности поля, создаваемого образцом, соединенный с измерительным прибором.

Дифференциальный магнитометр иногда рассматривают как пермеаметр с частично замкнутой магнитной цепью, но между этими приборами существует принципиальное отличие. Показания пермеаметра пропорциональны индукции образца, а показания дифференциального магнитометра – намагниченности образца

$$\alpha = kM, \tag{6.80}$$

где постоянная $k$ зависит от конструктивных параметров магнитометра и может быть определена по железному образцу, намагниченность которого известна. Эта особенность дифференциального магнитометра обусловлена тем, что в отсутствии образца магнитный поток и, следовательно, напряженность поля в зазоре среднего стержня равны нулю.

В осевом канале электромагнита может быть установлена печь или охлаждающее устройство для проведения измерений при температурах, отличных от комнатной.

В научной литературе имеются сведения о применении дифференциальных магнитометров для исследования процессов, протекающих с высокой скоростью, например, для изучения отпуска мартенсита при нагреве со скоростью $10^4$ °C/с. Следует иметь в виду, что при очень быстром изменении намагниченности образца сигнал датчика напряженности поля (то есть показания магнитометра) может существенно запаздывать вследствие магнитной вязкости сердечника. Например, определение мартенситной точки при закалке образцов в воде, проводившееся с помощью магнитометра с сердечником из стали Ст3 сечением 100×100 мм, сопровождалось погрешностью 50…150 °C.

*Магнитометр с переменным магнитным полем*. Если две одинаковые катушки, соединенные последовательно и навстречу друг другу, поместить в переменное магнитное поле, то результирующая ЭДС на их зажимах будет равна нулю.

Внесение ферромагнитного образца в одну из катушек нарушает компенсацию, на зажимах появляется ЭДС, пропорциональная намагниченности образца при прочих равных условиях. При этом

$$\frac{E_{\text{о}}}{E_{\text{э}}} = \beta \frac{V_{\text{о}}}{V_{\text{э}}}. \tag{6.81}$$

Здесь $E_{\text{о}}$, $E_{\text{э}}$ – ЭДС на зажимах измерительных катушек при внесении образца и эталона соответственно; $\beta = M_{\text{о}}/M_{\text{э}}$, где $M_{\text{о}}$, $M_{\text{э}}$ – намагниченность образца и эталона; $V_{\text{э}}$ – объем эталона, состоящего полностью из ферромагнитной фазы; $V_{\text{о}}$ – объем магнитной фазы в образце такого же размера, как эталон. Удельная намагниченность магнитной фазы в образце и эталоне должна быть одинакова, то есть эталон должен состоять из той

же магнитной фазы, что содержится в образце. Очевидно, что, зная $\beta$, можно найти $V_0$.

Магнитометр с переменным магнитным полем удобен для определения количества остаточного аустенита в образцах или стержневидных изделиях из закаленной стали. В полях ~4 кА/м показания прибора линейно связаны с количеством остаточного аустенита при содержании его до 30 % (рис. 6.67).

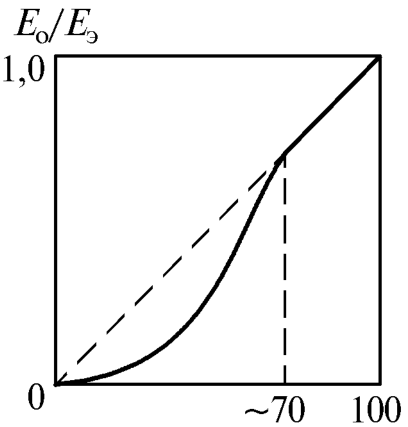



**Рис. 6.67. Влияние количества магнитной фазы в образце на отношение $E_0/E_э$**

При испытаниях сталей различного состава необходимо для каждой из них иметь эталон, не содержащий остаточного аустенита или с известным его количеством. Показания магнитометра, соответствующие эталону, полностью состоящему из ферромагнитной фазы, приводятся к единице (крайняя правая точка шкалы) с помощью регулирующего устройства.

Реальные конструкции магнитометров с переменным магнитным полем существенно различны.

### 6.8.2. Фазовый магнитный анализ

Магнитные параметры ферромагнитных сплавов зависят от химического и фазового состава, структуры (за исключением намагниченности насыщения и температуры Кюри), напряженного состояния и температуры. Зная эти зависимости, можно, определив те или иные магнитные параметры, получить определенное представление о фазовом составе и структуре сплава, а в некоторых случаях – и о химическом составе отдельных фаз. Эти задачи решаются путем фазового магнитного анализа.

Качественный фазовый магнитный анализ позволяет определить число магнитных фаз в сплаве, а иногда и их природу, тип. Реже возможно определение химического состава фазы (по температуре Кюри).

Количественный фазовый анализ позволяет определить число магнитных фаз в образце и их объемные содержания. В двухфазном образце можно определить количество немагнитной фазы, если вторая фаза ферромагнитна.

*Физические основы фазового магнитного анализа*

Фазовый магнитный анализ базируется на ряде закономерностей, обобщенных Б.А. Апаевым.

1. Спонтанная намагниченность (или практически равная ей намагниченность технического насыщением $M_s$) и температура Кюри ($\theta$) ферромагнитной фазы определяются ее химическим составом, кристаллической

структурой и электронным строением атомов. $M_s$ и $\theta$ очень слабо зависят от напряженного состояния образца.

2. Намагниченность насыщения ферромагнитной фазы при температурах, далеких от точки Кюри, практически не зависит от напряженности магнитного поля.

3. Намагниченность насыщения фазы, стабильной в некотором интервале температур, при неизменном химическом составе является обратимой функцией температуры.

4. Температурная зависимость намагниченности насыщения, построенная в координатах «$M_s/M_0 - T/\theta$» ($M_0$ – намагниченность насыщения при 0 К), практически одинакова для всех ферромагнитных фаз.

5. Нормальные значения $M_s$ и $\theta$ ферромагнитной фазы сохраняются при измельчении ее частиц до ~$10^{-5}$ мм. При размере ~$10^{-6}$ мм (10Å) тело утрачивает ферромагнитные свойства.

6. Намагниченность насыщения гетерогенного сплава подчиняется принципу аддитивности

$$M_s = \sum_{i=1}^{n} \frac{P_i}{100} M_{si}, \tag{6.82}$$

где $P_i$ – объемное содержание в процентах $i$-й фазы, $M_{si}$ – намагниченность ее насыщения (такую намагниченность имел бы образец, полностью состоящий из $i$-фазы).

7. Температурная зависимость намагниченности гетерогенного сплава со стабильной структурой обратима и описывается кривой с перегибами при температурах Кюри фаз, содержащихся в сплаве (рис. 6.68).

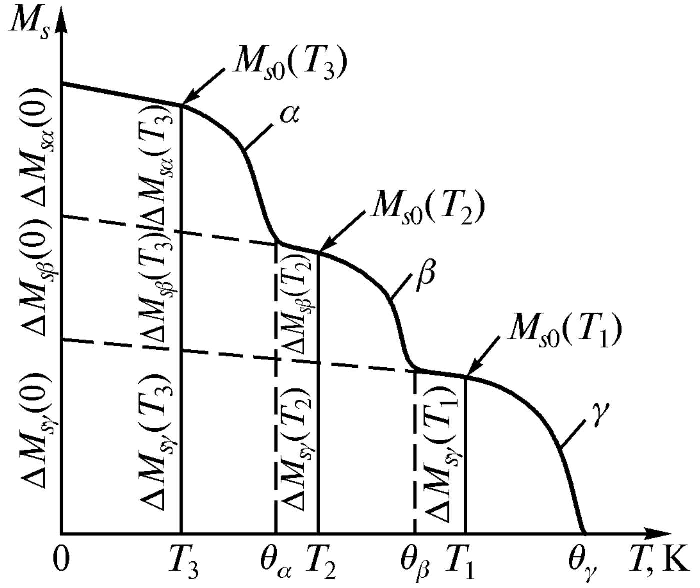



**Рис. 6.68. Фазовый магнитный анализ методом экстраполяции кривых $M_s(T)$ фаз сплава**

### *Количественный фазовый магнитный анализ*

Количественный фазовый магнитный анализ неизбежно включает в себя качественный фазовый анализ, заключающийся в определении точек Кюри фаз исследуемого сплава. Количественный анализ может быть выполнен двумя методами, рассмотренными ниже.

*Метод экстраполяции кривых $M_s(T)$ фаз сплава* основан на принципе аддитивности (см. уравнение (6.82)).

Для осуществления фазового анализа необходимо экспериментально построить температурную зависимость намагниченности насыщения образца из исследуемого сплава $M_{s0}(T)$ (см. рис. 6.68). Величину $\Delta M_{si}(T) = P_i M_{si}(T)/100$ называют долей намагниченности образца, обусловленной *i*-й фазой при температуре *T*. Из приведенной зависимости $M_{s0}(T)$ следует, что сплав состоит из трех ферромагнитных фаз. Пусть это будут фазы $\alpha$, $\beta$, $\gamma$ с точками Кюри $\theta_\alpha$, $\theta_\beta$, $\theta_\gamma$. По кривой $\Delta M_{s0}(T)$ находят доли намагниченности фаз $\Delta M_{si}$, а по ним – значения $P_i$, что и является конечной целью.

При температуре $T_1$ ферромагнитна только $\gamma$-фаза, поэтому намагниченность образца полностью определяется долей намагниченности $\gamma$-фазы при $T_1$

$$\Delta M_{s\gamma}(T_1) = \frac{P_\gamma}{100} M_{s\gamma}(T_1). \tag{6.83}$$

Очевидно, что при 0 К

$$\Delta M_{s\gamma}(0) = \frac{P_\gamma}{100} M_{s\gamma}(0). \tag{6.84}$$

Разделив уравнение (6.83) на уравнение (6.84), получим

$$\frac{\Delta M_{s\gamma}(T_1)}{\Delta M_{s\gamma}(0)} = \frac{M_{s\gamma}(T_1)}{M_{s\gamma}(0)}, \tag{6.85}$$

то есть отношение долей намагниченностей $\gamma$-фазы при температурах $T_1$ и 0 К равно отношению полных намагниченностей той же фазы при тех же температурах. Это позволяет использовать универсальную кривую температурной зависимости намагниченности насыщения $M_s(T)/M_s(0)$ как функцию $T/\theta$ (см. раздел 6.7.1). Для $\gamma$-фазы при $T_1$ из универсальной кривой (рис. 6.69) находим ординату $y_1$, соответствующую абсциссе $T_1/\theta_\gamma$,

$$\frac{M_{s\gamma}(T_1)}{M_{s\gamma}(0)} = y_1, \tag{6.86}$$

используя соотношение (6.85), получим

$$\frac{\Delta M_{s\gamma}(T_1)}{\Delta M_{s\gamma}(0)} = y_1. \tag{6.87}$$

Так как $\Delta M_{s\gamma}(T_1)$ определена экспериментально, а значение $y_1$ найдено из универсальной кривой, то из уравнения (6.87) находится $\Delta M_{s\gamma}(0)$.

Аналогично соотношению (6.86), для температуры $T_2$, выбираемой из условия $\theta_\alpha < T_2 < \theta_\beta$, имеем

$$\frac{M_{s\gamma}(T_2)}{M_{s\gamma}(0)} = y_2$$

или

$$\frac{\Delta M_{s\gamma}(T_2)}{\Delta M_{s\gamma}(0)} = y_2. \quad (6.88)$$

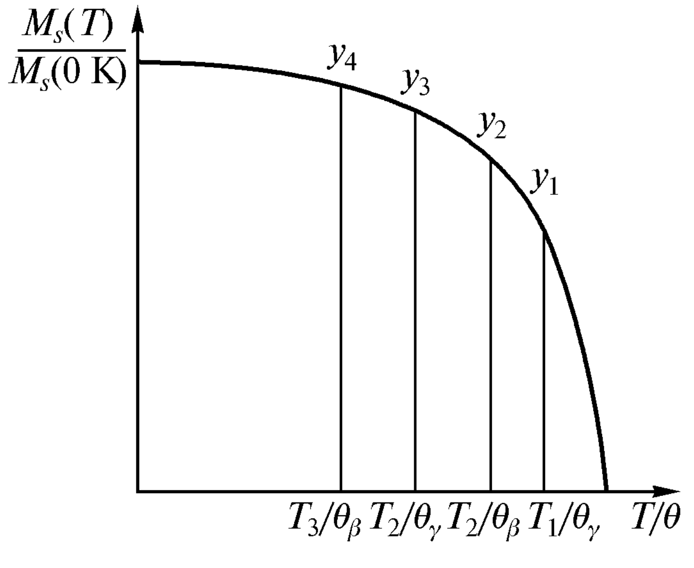



**Рис. 6.69. Универсальная температурная зависимость намагниченности насыщения ферромагнитных фаз**

Поскольку $\Delta M_{s\gamma}(0)$ определена выше, а $y_2$ определяется как ордината универсальной кривой (см. рис. 6.69) при абсциссе $T_2/\theta_\beta$, то значение $\Delta M_{s\gamma}(T_2)$ становится известным. При этом одновременно определяется и $\Delta M_{s\beta}(T_2)$, так как при температуре $T_2$ ферромагнитны две фазы – $\gamma$ и $\beta$ (см. рис. 6.68) и, следовательно,

$$M_{s0}(T_2) = \Delta M_{s\gamma}(T_2) + \Delta M_{s\beta}(T_2). \quad (6.89)$$

Записывая уравнения, аналогичные соотношениям (6.67) и (6.68), для различных температур, в том числе и для $T_3$, можно построить всю кривую $\Delta M_{s\gamma}(T)$ (штриховая линия на рис. 6.68).

При $T_2$ для $\beta$-фазы

$$\frac{\Delta M_{s\beta}(T_2)}{\Delta M_{s\beta}(0)} = y_3 = \frac{M_{s\beta}(T_2)}{M_{s\beta}(0)}, \quad (6.90)$$

что позволяет определить $\Delta M_{s\beta}(0)$, подобно тому, как это было сделано для $\gamma$-фазы. Тогда для любой температуры ниже $\theta_\alpha$, например, для $T_3$, имеем

$$\frac{\Delta M_{s\beta}(T_3)}{\Delta M_{s\beta}(0)} = y_4, \quad (6.91)$$

где $y_4$ – ордината универсальной кривой при абсциссе $T_3/\theta_\beta$. Определив из последнего соотношения $\Delta M_{s\beta}(T_3)$, одновременно находим и $\Delta M_{s\alpha}(T_3)$.

Таким образом, при температуре $T_3$

$$M_{s0}(T_3) = \Delta M_{s\alpha}(T_3) + \Delta M_{s\beta}(T_3) + \Delta M_{s\gamma}(T_3). \quad (6.92)$$

Так как для любой фазы $\Delta M_{si}(T_3) = \frac{P_i}{100} M_{si}(T_3)$, то, зная $M_{si}(T_3)$, находим

$$P_i = 100 \frac{\Delta M_{si}(T_3)}{M_{si}(T_3)}, \%. \qquad (6.93)$$

Практическое применение метода экстраполяции кривых $\Delta M_{si}(T)$ часто затруднено тем, что неизвестна намагниченность насыщения фаз, содержащихся в сплаве, или неизвестно, имеются ли в сплаве неферромагнитные фазы (или фаза).

Необходимо учитывать возможность изменения химического состава фаз при нагреве. Для предотвращения этого построение кривой $M_{s0}(T)$ следует проводить возможно быстрее (но не в ущерб точности измерения температуры) как при нагреве, так и при охлаждении. Необратимость кривой укажет на изменение фазового состава образца или химического состава фаз, происшедшее во время построения зависимости $M_{s0}(T)$.

*Метод эталона* применим для сплавов, состоящих только из двух ферромагнитных фаз. Пусть, например, сплав состоит из $\alpha$- и $\beta$-фаз с точками Кюри $\theta_\alpha$ и $\theta_\beta$. Температурная зависимость намагниченности насыщения сплава известна (рис. 6.70).

Для проведения фазового анализа необходимо изготовить эталон, полностью состоящий из фазы, аналогичной фазе образца с более высокой точкой Кюри, то есть в данном случае из $\beta$-фазы. Размеры образца и эталона должны быть одинаковы. Правильно изготовленный эталон должен иметь такой же химический состав и ту же температуру Кюри, что и $\beta$-фаза образца.

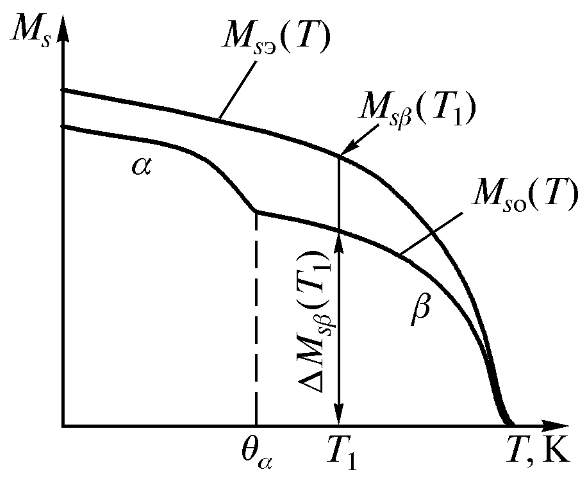



**Рис. 6.70. Температурные зависимости намагниченности насыщения образца ($M_{so}$) и эталона ($M_{sэ}$)**

Построив экспериментально кривые $M_{so}(T)$ и $M_{sэ}(T)$ при некоторой температуре $T_1$, отвечающей условию $\theta_\alpha < T < \theta_\beta$, имеем (см. рис. 6.70)

$$\Delta M_{s\beta}(T_1) = \frac{P_\beta}{100} M_{s\beta}(T_1), \qquad (6.94)$$

где $M_{s\beta}(T_1) = M_{sэ}(T_1)$. Следовательно,

$$P_\beta = \frac{\Delta M_{s\beta}(T_1)}{M_{s\beta}(T_1)} \cdot 100,\ \% \qquad (6.95)$$

и

$$P_\alpha = 100 - P_\beta .$$

### 6.8.3. Частные случаи фазового магнитного анализа

*Определение количества карбидов в отожженной стали*

Применительно к углеродистой стали эта задача легко решается методом эталона. Эталонный образец должен быть изготовлен из феррита, то есть из технического железа. При температуре $T$ выше точки Кюри цементита (211 °С) аналогично соотношению (6.95)

$$P_ф = \frac{\Delta M_{sф}(T)}{M_{sф}(T)} \cdot 100,\ \% \qquad (6.96)$$

и, следовательно, $P_к = 100 - P_ф$.

Нагрев для построения температурных зависимостей намагниченности насыщения образца и эталона необходимо проводить до температуры, несколько превышающей 770 °С, чтобы убедиться в совпадении точек Кюри эталона и феррита образца. Их различие будет свидетельствовать о неодинаковом содержании кремния и марганца в феррите образца и в эталоне, что приведет к погрешности, обусловленной влиянием этих элементов на намагниченность насыщения.

Определение количества карбидов в легированной стали осложняется необходимостью знать химический состав феррита, так как концентрация легирующих элементов в нем не совпадает с их содержанием в стали. В связи с этим изготовление необходимого эталона является непростой задачей.

В научной литературе неоднократно приводились различные формулы для расчета намагниченности насыщения легированного $\alpha$-раствора по его химическому составу, основанные на предположении о справедливости принципа аддитивности. Экспериментальная практика показала, что при многокомпонентном легировании и повышенных концентрациях элементов принцип аддитивности в большинстве случаев не выполняется. Следовательно, использование расчетных значений $M_{sф}$ для легированной стали может привести к погрешности, величину которой трудно оценить.

*Определение количества остаточного аустенита в закаленной стали*

Если сталь состоит только из ферромагнитного мартенсита и парамагнитного остаточного аустенита, то

$$M_s = \frac{P_м}{100} M_{sм} . \qquad (6.97)$$

Здесь $M_s$ и $M_{s\text{м}}$ – намагниченность насыщения закаленного образца и мартенсита соответственно, $P_\text{м}$ – объемное содержание мартенсита (в процентах) в образце. Так как $P_\text{м} = 100 - P_\text{а}$, то содержание остаточного аустенита

$$P_\text{а} = 100\frac{M_{s\text{м}} - M_s}{M_{s\text{м}}}. \qquad (6.98)$$

Из этого следует, что для определения количества остаточного аустенита необходимо иметь эталон, полностью состоящий из мартенсита того же химического состава, что и мартенсит стали, обладающий намагниченностью $M_{s\text{м}}$. Такой эталон изготовить трудно или невозможно, так как даже после обработки холодом в жидком азоте при –196 °С в легированных сталях может сохраняться некоторое количество остаточного аустенита. Использование такого образца в качестве эталона приведет к тем большей погрешности определения количества остаточного аустенита, чем меньше его в исследуемом образце и чем больше – в эталоне.

Определить намагниченность насыщения мартенсита $M_{s\text{м}}$ можно по эталонному образцу с известным количеством остаточного аустенита $P_\text{а}$, определенным методом рентгеноструктурного анализа. Количество мартенсита в таком эталоне $P_\text{мэ} = 100 - P_\text{аэ}$. Экспериментально определяется намагниченность эталона

$$M_{s\text{э}} = \frac{P_\text{мэ}}{100} M_{s\text{м}}, \text{ откуда } M_{s\text{м}} = \frac{100 M_{s\text{э}}}{P_\text{мэ}}. \qquad (6.99)$$

Найденное значение $M_{s\text{м}}$ позволяет пользоваться соотношением (6.98) для определения количества остаточного аустенита, но только в образцах, химический состав мартенсита которых не отличается от состава мартенсита эталона. Это существенно суживает возможности рассмотренного метода. Очевидно, в частности, что этим методом нельзя воспользоваться для определения зависимости количества остаточного аустенита от температуры закалки заэвтектоидных и ледебуритных сталей, так содержание углерода и легирующих элементов в аустените и мартенсите возрастает с повышением температуры нагрева под закалку. Значение $M_{s\text{м}}$ вследствие этого снижается, что приведет к существенному завышению количества остаточного аустенита, рассчитанного по формуле (6.98) без учета снижения намагниченности насыщения мартенсита.

Иногда для определения содержания остаточного аустенита в исследуемых образцах применяют эталон, подвергнутый низкому отпуску до прекращения прироста намагниченности насыщения, считая, что такой отпуск приводит к разложению остаточного аустенита. При этом игнорируется одновременно протекающий отпуск мартенсита, в результате которого снижается содержание углерода в $\alpha$-растворе, повышается его намаг-

ниченность и появляются карбиды, обладающие значительно меньшей намагниченностью, чем мартенсит. Поэтому применение низкоотпущенных образцов в качестве эталонов для определения количества остаточного аустенита неизбежно приводит к погрешности.

Оценка количества остаточного аустенита в закаленных высоколегированных сталях связана с еще большими затруднениями. В общем случае такие стали после закалки состоят из легированного ферромагнитного мартенсита, парамагнитного остаточного аустенита и парамагнитных карбидов, поэтому намагниченность образца определяется соотношением (6.97). Для более или менее точного определения количества остаточного аустенита необходимо определить количество карбидов методом, не связанным с магнитным анализом, и иметь мартенситный эталон, по химическому составу аналогичный мартенситу исследуемой стали. Определение количества карбидов может быть выполнено методом химического карбидного фазового анализа, но изготовление многокомпонентного мартенситного эталона в большинстве случаев практически невозможно.

### 6.8.4. Исследование процессов отпуска закаленной стали методами фазового магнитного анализа

Структура закаленной стали в зависимости от ее химического состава и температуры нагрева под закалку может состоять: из мартенсита (редкий случай); из мартенсита и остаточного аустенита; из мартенсита, остаточного аустенита и нерастворенных карбидов. Последние обычно стабильны при температурах ниже критических точек и не участвуют в процессах отпуска. Основные изменения намагниченности при отпуске обусловлены распадом мартенсита и остаточного аустенита. Изменение химического состава карбидов, выделившихся при отпуске, влияет на намагниченность стали в меньшей степени. Заметим, что специальные карбиды парамагнитны и не могут непосредственно влиять на намагниченность стали. Изменения последней обусловлены изменениями химического состава и количества $\alpha$-раствора, вызванными карбидными превращениями.

Наиболее значительные изменения фазового состава и намагниченности при отпуске происходят в высокоуглеродистых сталях. Небольшое снижение намагниченности стали У10, закаленной из $\gamma$-области, происходящее при отпуске до 200 °C (рис. 6.71), обусловлено появлением слабомагнитных карбидов при распаде мартенсита. Это следует из необратимости температурной зависимости намагниченности насыщения (кривые 1 и 2). В интервале температур от 200 °C до 300 °C намагниченность образца резко возрастает вследствие распада остаточного аустенита.

При охлаждении после высокого отпуска обнаруживается перегиб кривой $M_s(T)$ при 210 °С, соответствующий точке Кюри цементита. Кривая для ферритного эталона полностью обратима.

Выше уже упоминалось, что снижение намагниченности при низком отпуске вызвано образованием карбидов, намагниченность которых значительно меньше, чем исходного мартенсита. Уменьшение содержания углерода в $\alpha$-растворе сопровождается повышением намагниченности, но этот эффект слабее, чем обусловленный карбидами.

Намагниченность высокоотпущенной стали при комнатной температуре выше, чем закаленной стали (см. рис. 6.71). Следовательно, снижение намагниченности при низком отпуске может означать, что намагниченность насыщения $\varepsilon$-карбидов значительно ниже, чем цементита.

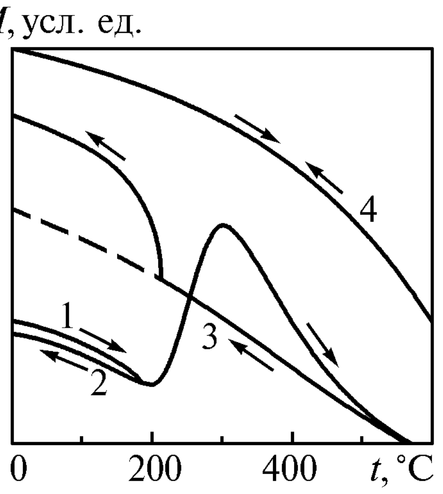



**Рис. 6.71. Температурная зависимость намагниченности насыщения при нагреве и охлаждении образца стали У10, закаленного из $\gamma$-области, и эталона из железа: 1 – нагрев закаленного образца; 2 – охлаждение после нагрева до 200 °С; 3 – охлаждение после высокого отпуска; 4 – нагрев и охлаждение ферритного эталона**

В отожженных и высокоотпущенных нелегированных сталях существуют только цементитные карбиды. При низком отпуске во всех сталях возникают промежуточные $\varepsilon$-карбиды с точкой Кюри 380 °С. Возможно, что в высокоуглеродистых сталях (% С > 0,4) образуется еще один промежуточный $\chi$-карбид с температурой Кюри 265 °С (рис. 6.72).

Температура нагрева образцов при записи магнитограмм 1 и 2, приведенных на рис. 6.72, превышает температуру предшествовавшего отпуска. Это может вызвать изменение фазового состояния образца, достигнутого при отпуске. Чтобы свести к минимуму изменения химического состава и количества фаз, нагрев должен проводиться как можно быстрее. При этом необходимо принять меры для снижения погрешности измерения температуры образца.

Количество ферромагнитной карбидной фазы, отличной от цементита, в образце, не содержащем парамагнитных фаз, может быть определено методом магнитного анализа. Рассмотрим наиболее простой случай – определение количества $\chi$-карбида в углеродистой стали.

После отпуска при 450 °С сталь состоит из феррита, цементита и $\chi$-карбида, следовательно,

$$P_{\text{ф}} + P_{\text{Fe}_3\text{C}} + P_{\chi} = 100\%. \tag{6.100}$$

При комнатной температуре намагниченность образца

$$M_s = \frac{P_ф}{100} M_{sф} + \frac{P_{Fe_3C}}{100} M_{s\,Fe_3C} + \frac{P_\chi}{100} M_{s\chi}. \qquad (6.101)$$

Значения

$$\Delta M_{sф} = \frac{P_ф}{100} M_{sф}, \quad \Delta M_{s\,Fe_3C} = \frac{P_{Fe_3C}}{100} M_{s\,Fe_3C}, \quad \Delta M_{s\chi} = \frac{P_\chi}{100} M_{s\chi}$$

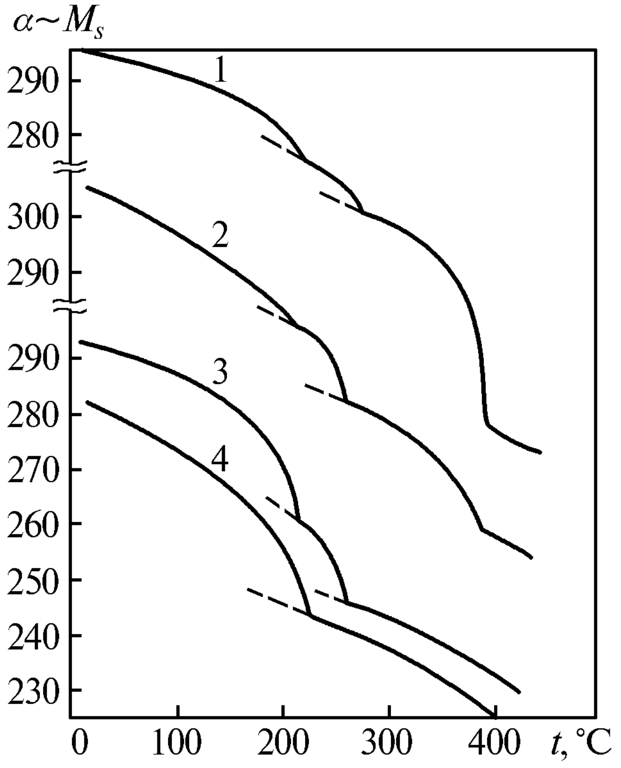



**Рис. 6.72. Магнитограммы стали У12, закаленной из $\gamma$-области и отпущенной при температурах: 1 – 200 °С, 50 ч; 2 – 350 °С, 1 ч; 3 – 400 °С, 10 мин; 4 – 680 °С, 1 ч**

находятся графически из экспериментальной кривой $M_s(t)$ (см. раздел 6.8.2). Так как значения $M_{sф}$ и $M_{s\,Fe_3C}$ известны, то, определив $\Delta M_{sф}$ и $\Delta M_{s\,Fe_3C}$, находим $P_ф$ и $P_{Fe_3C}$. Значение $P_\chi$ определяются из соотношения (6.100). Определив $P_\chi$, можно найти $M_{s\chi}$ по экспериментально определенной величине $\Delta M_{s\chi}$.

Вышеприведенные примеры и результаты ряда не рассмотренных здесь работ Б.А. Апаева и других исследователей позволяют сделать следующие выводы.

1. Фазовый магнитный анализ дает возможность установить частично перекрывающиеся температурные интервалы распада мартенсита и остаточного аустенита.

2. Магнитный анализ определяет число ферромагнитных карбидных фаз в стали. При некоторых условиях возможно определение их объемного содержания и намагниченности насыщения.

3. Магнитный анализ удобен для изучения кинетики распада остаточного аустенита.

4. В легированных сталях магнитный анализ позволяет проследить за перераспределением компонентов стали между $\alpha$-раствором и карбидными фазами (качественно).

### 6.8.5. Исследование кинетики превращений переохлажденного аустенита

*Методика исследований* кинетики изотермических превращений аустенита при использовании магнитометра Д.С. Штейнберга – В.И. Зюзина (см. раздел 6.8.1) заключается в нижеследующем. Цилиндрический образец диаметром 2…3 мм, длиной 40…50 мм аустенитизируют в печи или соляной ванне, приняв меры для защиты от окисления и обезуглероживания. По истечении выдержки, необходимой для получения гомогенного аустенита, образец быстро переносят в ванну, нагретую до заданной изотермы. Выдержка в ванне переохлаждения должна быть минимально необходимой для достижения образцом температуры ванны (или превышающей ее на известную величину) и подбирается экспериментально. Затем образец быстро переносят в магнитометр, печь которого заранее нагрета до той же температуры, что и ванна. Далее периодически измеряют намагниченность образца до получения нескольких одинаковых значений. Промежутки времени между измерениями намагниченности образца выбирают, исходя из ожидаемой кинетики превращения переохлажденного аустенита. Первое измерение проводят немедленно после внесения образца в магнитометр.

Для сталей с малой устойчивостью переохлажденного аустенита время, необходимое для переохлаждения его до заданной температуры, может оказаться больше инкубационного периода. В таком случае уже при первом измерении показание магнитометра отличается от нуля и момент начала превращения определить не удается. Приближенно оценить инкубационный период можно, экстраполируя на нуль зависимость показаний магнитометра от времени выдержки образца при заданной температуре.

*Исследование кинетики диффузионного превращения аустенита* может быть проведено количественно с использованием в качестве эталона исследуемого образца, претерпевшего полное разложение аустенита. При температуре диффузионного превращения любые карбиды парамагнитны, поэтому намагниченность насыщения образца $M_s$, подвергшегося частичному превращению, определяется количеством ферритной фазы $P_ф$ и ее намагниченностью $M_{sф}$. Для эвтектоидной стали

$$\alpha = kM_s = k\frac{P_ф}{100}M_{sф}. \qquad (6.102)$$

Здесь $\alpha$ – показания магнитометра, соответствующие содержанию (в процентах) ферритной фазы $P_ф$. В доэвтектоидных сталях под $P_ф$ понимается суммарное содержание избыточного (структурно-свободного) феррита и феррита, входящего в состав эвтектоида. Если принять количество фер-

ритной фазы (избыточной и эвтектоидной) за 100 %, то при температуре превращения

$$\alpha_э = kM_{sэ} = kM_{sф}. \tag{6.103}$$

Разделив уравнение (6.102) на уравнение (6.103), находим

$$\frac{\alpha_о}{\alpha_э} = \frac{P_ф}{100}$$

и, следовательно,

$$P_ф = P = \frac{\alpha_о}{\alpha_э} \cdot 100. \tag{6.104}$$

Здесь $P$ – степень превращения переохлажденного аустенита, выраженная в процентах.

Формула (6.104) справедлива для эвтектоидной стали при любой температуре диффузионного превращения. Применительно к доэвтектоидным сталям эта формула также дает точные результаты для интервала температур, в котором не выделяется избыточный феррит, а сразу образуется квазиэвтектоид. В верхней части температурной области диффузионного превращения в доэвтектоидных сталях, где образуется феррит, применение формулы (6.104) сопряжено с погрешностью. Количество образовавшегося феррита завышается, так как в уравнении (6.103) $M_{sэ} < M_{sф}$. Величина этой погрешности максимальна в период выделения феррита, а затем постепенно уменьшается и при завершении превращения становится равной нулю.

Формула (6.104) справедлива в вышеуказанных случаях при условии, что намагниченность насыщения ферритной фазы не изменяется в ходе превращения, то есть химический состав ее остается неизменным. Нарушение этого условия может иметь место в случае высокой устойчивости переохлажденного аустенита легированных сталей, когда при длительных выдержках возможно перераспределение легирующих элементов между ферритом и карбидами. Влияние этого фактора наиболее существенно в сталях, легированных марганцем и хромом, значительно растворяющихся в цементите, а также в случае образования существенного количества специальных карбидов.

Изменение химического состава феррита может быть обнаружено путем определения температуры Кюри $\alpha$-твердого раствора образцов с различной степенью превращения аустенита. Чтобы зафиксировать состояние частичного распада аустенита, образец закаливают. При этом нераспавшийся аустенит превращается в мартенсит и в образце оказывается два $\alpha$-раствора: феррит и мартенсит. Определить температуру Кюри мартенсита невозможно вследствие его распада при нагреве на феррит и карбиды. Следовательно, в образце, претерпевшем частичный распад переохлаж-

денного аустенита, нагретом для определения точек Кюри, существует два феррита: феррит, возникший при образовании эвтектоида, то есть непосредственно из аустенита, и феррит, образовавшийся из мартенсита. По мере увеличения продолжительности превращения количество первого будет расти, а второго – уменьшаться. Оценка пригодности уравнения (6.104) должна проводиться по постоянству точки Кюри первого феррита, количество которого возрастает.

Не исключено, что в некоторых случаях оба феррита будут иметь одинаковый химический состав, одну и ту же температуру Кюри и, следовательно, окажутся неразличимыми. В таких случаях уравнение (6.104) также применимо.

Изменение температуры Кюри одной или обеих $\alpha$-фаз по мере распада аустенита означает, что в ходе превращения происходило перераспределение легирующих элементов между фазами стали.

Погрешность определения намагниченности любой фазы и, следовательно, ее количества возрастает вблизи точки Кюри (рис. 6.73), если не обеспечено строгое постоянство и точное измерение температуры.

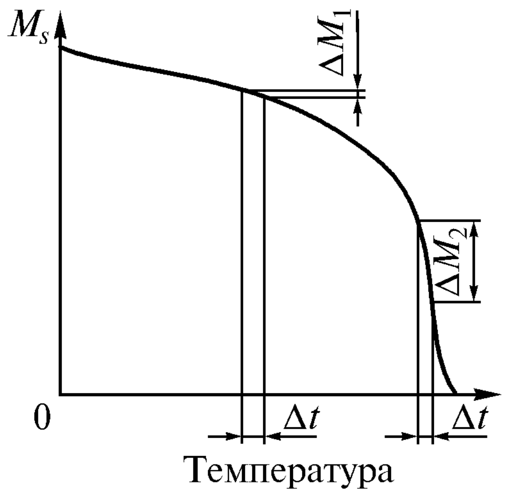



**Рис. 6.73. Влияние температуры измерений на погрешность определения $\alpha \sim M_s$: $\Delta t$ – погрешность определения температуры**

При температурах диффузионного превращения все карбиды парамагнитны. Поэтому магнитным методом, как правило, нельзя обнаружить начало перлитного превращения, если ему предшествует выделение избыточного феррита. Определение момента начала возникновения перлита возможно лишь при условии существенного различия объемных скоростей образования избыточного феррита и эвтектоида. В таких случаях на кинетической кривой наблюдается перегиб, обусловленный большей скоростью образования эвтектоида.

В заэвтектоидных сталях выделение избыточных карбидов не может быть обнаружено измерениями намагниченности при температуре превращения. Несмотря на это, линия начала их выделения может быть построена магнитным методом. Аустенитизированные образцы выдерживают в течение различного времени при температуре выделения избыточных карбидов, после чего закаливают их. Время выдержки должно быть меньше инкубационного периода образования перлита. Выделение карбидов сопровождается снижением содержания углерода в аустените и, следовательно, повышением намагниченности образующегося из него мартенсита.

С другой стороны, возникновение карбидов, обладающих малой намагниченностью по сравнению с мартенситом, вызывает снижение намагниченности стали. Последний эффект преобладает, и на кривой $M_s(\tau)$ появляется перегиб, соответствующий началу образования карбидов. Измерение намагниченности насыщения закаленных образцов проводят при комнатной температуре. Повторяя аналогичные процедуры при различных температурах выделения карбидов, получают всю кривую начала образования избыточных карбидов.

В заэвтектоидных сталях при температурах превращения аустенита ферромагнитен только феррит. Поэтому по формуле (6.104) определяется только количество эвтектоида без учета количества избыточных карбидов. Содержание последних должно быть определено другим способом. Для углеродистых сталей эта задача легко решается фазовым магнитным анализом методом эталона, рассмотренным выше (см. раздел 6.8.2). Точное определение количества избыточных карбидов в легированных сталях методами фазового магнитного анализа сопряжено со значительными трудностями или невозможно.

Легированная сталь, претерпевшая частичное диффузионное превращение аустенита, в наиболее сложном случае состоит из феррита, цементита, специальных карбидов и непревратившегося аустенита. Следовательно,

$$P_{\text{ф}} + P_{\text{Fe}_3\text{C}} + P_{\text{сп.к.}} + P_{\text{а}} = 100,$$

где $P$ объемный процент фазы. Таким образом, при температуре превращения образец содержит три парамагнитных фазы, что чрезвычайно осложняет количественный фазовый магнитный анализ. Приближенные методы магнитного фазового анализа легированных сталей, основанные на ряде допущений, разработаны Б.А. Апаевым.

*Исследование кинетики промежуточного превращения переохлажденного аустенита.* Строгое определение степени изотермического превращения аустенита в бейнит магнитным методом затруднено рядом причин. На промежуточных стадиях распада образец в общем случае состоит из феррита, в той или иной степени пересыщенного углеродом, карбидов и аустенита, обогащенного углеродом. По мере развития превращения объемное содержание фаз и их химический состав изменяются, следовательно, изменяется и их намагниченность. В легированных сталях бейнитное превращение не доходит до конца и остается некоторое количество непревращенного аустенита. Часть этого аустенита может превратиться в мартенсит при охлаждении после окончания выдержки при температуре превращения. Все это затрудняет выбор и изготовление эталона. Часто в качестве последнего применяют образец, подвергнутый закалке и отпуску при тем-

пературе, совпадающей с изотермой в бейнитной области. В таком случае приближенное определение количества образовавшегося бейнита может быть проведено по формуле (6.104).

Оценка степени превращения нераспавшегося аустенита в мартенсит при охлаждении после окончания изотермической выдержки производится по результатам двух измерений намагниченности: в конце изотермической выдержки ($M_{s\text{к}}$) и после охлаждения образца до комнатной температуры и нагрева до температуры выдержки ($M_{s\text{кн}}$). Если показания магнитометра α пропорциональны намагниченности насыщения, то количество образовавшегося мартенсита (приближенно)

$$P_{\text{м}} = \frac{\alpha_{\text{кн}} - \alpha_{\text{к}}}{\alpha_{\text{э}}} \cdot 100 . \quad (6.105)$$

# БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Лившиц Б.Г., Крапошин В.С., Линецкий Я.Л. Физические свойства металлов и сплавов: Учебник для металлург. спец. вузов. – 2-е изд., перераб. и доп. / Под ред. Б.Г. Лившица. – М.: Металлургия, 1980. – 320 с.

2. Металловедение и термическая обработка стали: Справочник.– 3-е изд. Т.I. Методы испытаний и исследования / Под ред. М.Л. Бернштейна, А.Г. Рахштадта. – М.: Металлургия, 1983.– Гл. 17. – 352 с.

3. Берг Л.Г. Введение в термографию / АН СССР, Казан. гос. ун-т им. В.И. Ульянова-Ленина. – 2-е изд., доп. – М.: Наука, 1969. – Гл. 1–4. – 395 с.

4. Чечерников В.И. Магнитные измерения. – 2-е изд. / Под ред. Е.И. Кондорского – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1969. – 387 с.

5. Апаев Б.А. Фазовый магнитный анализ сплавов. – М.: Металлургия, 1976. – 280 с.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ 3
1. ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ …………………………………… 3
1.1. Простой термический анализ ……………………………….. 3
1.2. Дифференциальный термический анализ
1.2.1. Дифференциальные термограммы ………………..…. 6
1.2.2. Аппаратура для дифференциального термического анализа ……………………………………………….... 8
1.2.3. Факторы, влияющие на характер термограмм ……….... 11
1.2.4. Определение теплоты фазового превращения методом дифференциального термического анализа …………… 13
1.3. Применение термического анализа …………………………… 15
2. КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ………………………… 16
2.1. Прямая калориметрия ………………………………………. 16
2.2. Методы обратной калориметрии …………………………..... 17
2.2.1. Метод Смита …………………………………………..… 17
2.2.2. Метод Сайкса ………………………………………….. 20
2.2.3. Дифференциальная адиабатическая калориметрия …… 23
2.2.4. Импульсная калориметрия ……………………………… 26
2.3. Применения калориметрии ……………………………….. 27
3. ДИЛАТОМЕТРИЯ ……………………………………………….. 29
3.1. Некоторые закономерности теплового расширения ……..…. 29
3.2. Методы исследования теплового расширения металлов и объемных эффектов фазовых превращений в них
3.2.1. Терминология, общие замечания и рекомендации …… 33
3.2.2. Разновидности дилатометров ………………………... 34
3.2.3. Дилатометрический датчик …………………………... 36
3.2.4. Индикаторные дилатометры …………………………… 37
3.2.5. Дифференциальный оптико-механический дилатометр Шевенара ……………………………………………... 39
3.2.6. Обработка дилатограмм ………………………………… 43
3.2.7. Совмещение дилатометрии с термическим анализом .... 49
3.2.8. Некоторые применения дилатометрии ………………… 50
4. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ ……………………. 52
4.1. Определение плотности методом трехкратного взвешивания .. 53
4.2. Метод гидростатического взвешивания ……………………..... 53
5. ИЗМЕРЕНИЕ УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ……………………………………………… 54
5.1. Методы измерения электрического сопротивления ……….… 56
5.1.1. Метод вольтметра-амперметра ………………………… 57

5.1.2. Мостовые методы измерения электросопротивления … 59
5.1.3. Компенсационный метод ……………………………….. 62
5.1.4. Измерения электрического сопротивления бесконтактными методами ……………………………… 65
5.2. Электрическое сопротивление металлических сплавов
5.2.1. Электросопротивление твердых растворов ……………. 67
5.2.2. Электрическое сопротивление интерметаллических соединений и промежуточных фаз ……………………... 72
5.2.3. Электрическое сопротивление гетерогенных сплавов ... 73
5.3. Применения резистометрии в металлофизических исследованиях …………………………………………….. 76
6. МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ВЕЩЕСТВ, ПАРАМЕТРЫ, МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИССЛЕДОВАНИЙ ………………….. 80
6.1. Классификация веществ по магнитным свойствам
6.1.1. Основные магнитные параметры ……………………… 80
6.1.2. Диамагнетики ………………………………………….. 81
6.1.3. Парамагнетики ………………………………………... 82
6.1.4. Ферромагнетики ……………………………………… 83
6.1.5. Антиферромагнетики ………………………………… 84
6.1.6. Ферримагнетики ……………………………………… 85
6.2. Методы измерения магнитной восприимчивости
6.2.1. Физические основы динамометрического метода …….. 86
6.2.2. Конструкции магнитных весов ………………………… 87
6.2.3. Магнитометрический метод определения магнитной восприимчивости ……………………………………... 89
6.2.4. Диамагнитные и парамагнитные свойства металлов и сплавов ………………………………………………. 91
6.3. Статические магнитные параметры магнитных металлов и сплавов ……………………………………………………... 94
6.3.1. Магнитные параметры основной кривой намагничивания ферромагнетиков …………………….. 94
6.3.2. Магнитные параметры петли гистерезиса …………….. 97
6.3.3. Магнитная энергия ферромагнетиков ………………….. 99
6.4. Доме́нная структура ферромагнетиков
6.4.1. Причины возникновения и особенности доменной структуры …………………………………………………. 103
6.4.2. Изменение доменной структуры ферромагнетика при его намагничивании ………………………………… 105
6.5. Измерение статических магнитных параметров материалов … 107
6.5.1. Виды магнитных цепей ………………………………… 107
6.5.2. Образцы и намагничивающие устройства …………….. 109

6.5.3. Измерение статических магнитных параметров материалов в замкнутой магнитной цепи ……………… 111
6.5.4. Автоматизированные установки для измерения статических магнитных параметров материалов ……... 119
6.5.5.Измерение коэрцитивной силы и остаточной индукции .. 120
6.6. Измерение магнитострикции ………………………………….. 124
6.6.1. Механооптический метод ……………………………… 125
6.6.2. Тензометрический метод ……………………………... 125
6.7. Магнитные свойства ферромагнитных металлов и сплавов … 127
6.7.1. Температурная зависимость статических магнитных параметров ………………………………………………….. 128
6.7.2. Концентрационная зависимость статических магнитных параметров ферромагнитных сплавов ……. 132
6.8. Исследование фазовых превращений и структурных изменений магнитными методами…………………………….. 140
6.8.1. Аппаратура для исследования фазовых превращений и структурных изменений магнитными методами ……… 140
6.8.2. Фазовый магнитный анализ …………………………….. 147
6.8.3. Частные случаи фазового магнитного анализа ………... 152
6.8.4. Исследование процессов отпуска закаленной стали методами фазового магнитного анализа ………….…… 154
6.8.5. Исследование кинетики превращений переохлажденного аустенита …………………………... 157
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК ……………………………….. 162